

SÉRIE A, n° 522

N° D'ORDRE :

546

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

Mention Sciences

PAR

LUCIEN KEHREN

PREMIÈRE THÈSE

**Étude des caractères physiques et chimiques
de la pulpe du fruit de l'Elæïs
conditionnant l'extraction de l'huile**

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Soutenues le 13 Mars 1951 devant la Commission d'examen

Président ; M. COMBES

Examineurs : MM. AUBEL, QUELET

1951



FACULTÉ DES SCIENCES

Nom du Candidat : **KEHREN**

Prénoms : **Lucien**

Date de la soutenance : **13 mars 1951**

Numéro d'ordre : **Série A. 522. N° 546**

KEHREN (Lucien). — Etude des caractères physiques et chimiques de la pulpe du fruit de l'Elaeis conditionnant l'extraction de l'huile. — Paris Société d'Editions Techniques Coloniales. 1951. In-4°, 62 p., fig. 22.

*Th. Sc. Doct. Univ. Paris, 1951,
Ser. A. 522. N° 546.*

KEHREN (Lucien). — Etude des caractères physiques et chimiques de la pulpe du fruit de l'Elaeis conditionnant l'extraction de l'huile. — Paris Société d'Editions Techniques Coloniales. 1951. In-4°, 62 p., fig. 22.

*Th. Sc. Doct. Univ. Paris, 1951,
Ser. A. 522. N° 546.*

KEHREN (Lucien). — Etude des caractères physiques et chimiques de la pulpe du fruit de l'Elaeis conditionnant l'extraction de l'huile. — Paris Société d'Editions Techniques Coloniales. 1951. In-4°, 62 p., fig. 22.

*Th. Sc. Doct. Univ. Paris, 1951,
Ser. A. 522. N° 546.*

KEHREN (Lucien). — Etude des caractères physiques et chimiques de la pulpe du fruit de l'Elaeis conditionnant l'extraction de l'huile. — Paris Société d'Editions Techniques Coloniales. 1951. In-4°, 62 p., fig. 22.

*Th. Sc. Doct. Univ. Paris, 1951,
Ser. A. 522. N° 546.*

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

Doyen M. A. CHATELET.

PROFESSEURS

G. JULIA T Analyse supérieure et Algèbre supérieure.
 A. DENJOY T Théorie des Fonctions.
 L. LUTAUD T Géographie physique et Géologie dynamique.
 E. DARMOIS T Enseignement de Physique.
 Robert LÉVY T Physiologie comparée.
 Henri VILLAT T Mécanique des fluides et applications.
 M^{me} RAMART-LUCAS. T Chimie organique.
 FOCH T Mécanique physique et expérimentale.
 PAUTHENIER T Electrotechnique générale.
 DE BROGLIE T Théories physiques.
 JOB T Chimie générale.
 PRENANT T Anatomie et Histologie comparées.
 COMBES T Physiologie végétale.
 GARNIER T Géométrie supérieure.
 PÉRÈS T Mécanique rationnelle.
 HACKSPILL T Chimie minérale.
 LAUGIER T Physiologie générale.
 TOUSSAINT T Technique Aéronautique.
 M. CURIE T Physique (P.C.B.).
 G. RIBAUD T Hautes températures.
 CHAZY T Mécanique analytique et Mécanique céleste.
 GROZE T Physique théorique et physique céleste.
 DUPONT T Théories chimiques.
 VALIRON T Calcul différentiel et Calcul intégral.
 BARRABÉ T Géologie structurale et géologie appliquée.
 VAVON T Analyse et mesures chimiques.
 G. DARMOIS T Calcul des probabilités et Physique mathématique.
 Jacques BOURCART. T Géographie physique et Géologie dynamique.
 AUBEL T Chimie biologique.
 M^{me} JOLIO-CURIE. T Physique générale et Radioactivité.
 PLANTEFOL T Botanique.
 CABANNES T Recherches physiques.
 GRASSÉ T Evolution des êtres organisés.
 PRÉVOST T Chimie organique.
 BOULIGAND T Application de l'analyse à la Géométrie.
 CHAUDRON T Chimie appliquée.
 WYART T Minéralogie.
 TEISSIER T Zoologie.
 MANGENOT T Biologie végétale.
 P. AUGER T Physique quantique et relativité.
 MONNIER T Physiologie générale.
 PIVETEAU T Géologie.
 ROCARD T Physique.
 H. CARTAN T Mathématiques générales.

SCHAEFFER T Physiologie des fonctions.
 LAFFITTE T Chimie (P.C.B.).
 FAVARD T Calcul des probabilités et Physique-Mathématique.
 COULOMB T Physique du Globe.
 M^{lle} COUSIN T Biologie animale (P.C.B.).
 CHRÉTIEN T Chimie (P.C.B.).
 P. DRACH T Zoologie.
 KASTLER T Physique.
 CHATELET T Arithmétique et théorie des nombres.
 EPHRUSSI T Génétique.
 WURMSER T Biologie physico-chimique.
 BAUER T Chimie-Physique.
 RIVIÈRE T Géologie (P.C.B.).
 GAUTHERET T Biologie végétale (P.C.B.).
 LUCAS T Physique.
 A. THOMAS T Evolution des êtres organisés.
 ARNULF T Optique appliquée.
 MAX MORAND T Physique.
 SOLEILLET T Physique.
 FORTIER T Mécanique expérimentale des fluides.
 DANJON T Astronomie.
 FROMAGEOT T Chimie Biologique.
 LAPORTE T Physique générale et Radio-activité.
 JANET T Mathématiques générales.
 PETIT T Biologie maritime.
 QUENEY T Météorologie et dynamique atmosphérique.
 GALLIEN T Biologie animale (P.C.B.).
 EICHHORN T Biologie végétale (P.C.B.).
 DE CUGNAC T Biologie végétale (P.C.B.).
 LAVAL T Physique (P.C.B.).
 M^{lle} CAUCHOIS T Chimie-Physique.
 THELLIER T Physique du Globe.
 AUDUBERT T Electrochimie.
 L'HÉRITIER T Génétique.
 GRIVET T Radio Electricité.
 PONCIN T Mécanique des fluides.
 THIRY T Mécanique appliquée.
 DUBREIL T Mathématiques générales.
 QUELET T Chimie (P.C.B.).
 CAGNIARD T Géophysique appliquée.
 CHAMPETIER T Chimie appliquée.
 CUVILLIER T Géologie structurale et Géologie appliquée.
 JUNG T Pétrographie.
 TRILLAT T Physique (P.C.B.).
 WIEMANN T Chimie (P.C.B.).
 LICHNERSWICZ T Mathématiques.
 JACQUINOT T Physique (P.C.B.).
 VASSY T Physique de l'atmosphère.
 DESTOUCHES T Théories physiques.
 PRUVOST T Géologie.

Secrétaire Ch. MONIER.



ETUDE DES CARACTERES PHYSIQUES ET CHIMIQUES

DE LA PULPE DU FRUIT DE L'ELAEIS

CONDITIONNANT L'EXTRACTION DE L'HUILE

par

Lucien KEHREN



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41550412_0049

A MONSIEUR LE PROFESSEUR EMILE ROUBAUD

MEMBRE DE L'INSTITUT

Hommage respectueux

et expression de profonde gratitude

TABLE DES MATIERES

	Pages
<u>Introduction</u>	1
 <u>Première Partie : Etude des caractères physiques et chimiques de la pulpe</u>	 7
I - <u>Description et composition physique du fruit et de la pulpe</u>	7
1) Le fruit	7
2) La pulpe	8
II - <u>Caractères physiques et chimiques apparents de la pulpe</u>	9
1) La pulpe pendant la maturation du fruit	9
2) Modification de la dureté de la pulpe sous l'effet de la stérilisation	11
3) Essais d'identification des constituants de la pulpe	11
4) Etude de la consistance et de la nature pectique du ciment intercellulaire	14
III - <u>Etude quantitative des constituants de la pulpe</u>	16
1) Constituants généraux	16
2) Constituants organiques de la pulpe	17
3) Constituants minéraux de la pulpe	26
IV - <u>Résultats</u>	28
 <u>Deuxième Partie : Etude technologique de l'extraction de l'huile de palme</u>	 29
I - <u>Description et détermination des pertes des procédés d'extraction utilisés couramment aux stades artisanal et semi-industriel</u>	29
1) Procédé indigène, dit "soft oil"	32
2) Procédé par malaxage-lavage	34
3) Procédé par pression (presse hydraulique)	36
II - <u>Modification de l'extraction par action sur les matières pectiques de la pulpe</u>	41

	Pages
III - <u>Essais de traitement des fruits de palme par des procédés basés sur l'emploi de facteurs physico-chimiques</u>	42
1) Procédé Skipine	43
2) Procédés par pétrissage et Acapulco	44
IV - <u>Etude de l'amélioration de l'extraction de l'huile de palme</u>	45
1) Ecoulement spontané d'huile sous l'action de la vapeur saturée	45
2) Détermination des facteurs physiques conditionnant l'écoulement spontané d'huile	47
3) Observations sur le phénomène de l'écoulement spontané d'huile	50
4) Construction et essais d'appareils d'extraction	52
V - <u>Conclusions</u>	59
 <u>Bibliographie</u>	 61

INTRODUCTION

L'*Elaeis Guineensis*, ou palmier à huile, occupe une place très importante parmi les oléagineux exploités en Afrique. Il s'étend le long de la côte africaine, sur une distance de 6.000 km. et sur une profondeur de 50 à 150 km., surtout sous la forme de peuplements naturels.

Il est exploité depuis des siècles par les indigènes qui tirent l'huile de la pulpe de ses fruits pour s'en alimenter. Il constitue une des plus grosses ressources du Dahomey, malgré que ce territoire lui offre des conditions de culture assez peu favorables, notamment une pluviométrie insuffisante. Il fut multiplié abondamment dans le sud-Dahomey sous l'impulsion des rois de ce pays qui faisaient commerce de ses produits avec l'extérieur.

Le palmier à huile fournit au Dahomey en moyenne de 4 à 8 kg. d'huile de palme par an. Cette quantité peut être considérablement augmentée par la sélection. Le Dahomey exporte malgré tout 10.000 tonnes environ d'huile de palme par an. La plus grande partie de cette huile est extraite par les indigènes avec des méthodes rudimentaires.

Le fruit de palme est la source de deux sortes d'huiles. Sa graine ou "palmiste" contient l'huile de palmiste, sa pulpe l'huile de palme. Tandis que le palmiste est expédié en Europe pour y être traité, il n'en est pas de même de la pulpe. Matière périssable, fermentescible, la pulpe contient également une lipase très active qui provoque l'acidification rapide de l'huile, pour peu que le fruit soit meurtri, ou trop longtemps stocké. D'où l'obligation d'avoir à extraire l'huile de palme sur les lieux mêmes de la culture des Elaeis.

LES METHODES COURANTES D'EXTRACTION DE L'HUILE DE PALME

Ces méthodes n'ont pas bénéficié de progrès suffisants dans le domaine pratique, ni d'études approfondies sur la matière à traiter, sans doute parce que ces travaux doivent être menés sur place. Nous allons résumer l'état de la question, en décrivant brièvement les méthodes d'extraction actuellement en service et l'essentiel des études qui furent faites pour tenter de les améliorer.

1) Procédés des indigènes

Les indigènes extraient l'huile de la pulpe des fruits à l'aide de méthodes rudimentaires, caractérisées par l'emploi de l'eau, et l'absence de pression. La pulpe est toujours écrasée grossièrement après ramollissement, et l'huile est entraînée par lavage à l'eau.

Dans le procédé indigène, dit "hard oil" le ramollissement de la pulpe est obtenu en laissant les fruits fermenter en tas pendant plusieurs semaines. Ils sont ensuite pilonnés au mortier de bois, ou plus simplement foulés aux pieds, pour réduire leur pulpe en bouillie. La masse pâteuse obtenue

est lavée dans une fosse remplie d'eau, parfois dans des jarres, et même dans des pirogues. Les fibres et les noix se séparent, et sont recueillies à part. L'huile qui surnage est décantée à la calebasse avec une grande dextérité. Cette huile dose en général de 30 à 60 % d'acidité.

Dans le procédé indigène dit "soft oil", qui est une amélioration du précédent, le ramollissement de la pulpe est obtenu en faisant bouillir les fruits dans l'eau avant de les pilonner ou de les fouler. Ce qui a pour effet également de détruire la lipase. La séparation des noix et des fibres, la récupération de l'huile se font, à peu de chose près, comme dans le premier procédé. L'huile obtenue ne dose que de 2 à 15 % d'acidité.

Le rendement des extractions dans les deux procédés ne dépasse pas 45 à 60 % de l'huile totale présente dans la pulpe.

2) Procédés modernes

A) Extraction par le procédé par malaxage-lavage

Les procédés par voie humide des indigènes ont trouvé une expression plus rationnelle dans le procédé d'extraction par malaxage-lavage. Les fruits, préalablement cuits ou stérilisés, sont introduits dans un cylindre muni d'un double fond perforé. Ce cylindre est traversé par un axe pourvu de pales robustes; ces pales tournent en opposition avec des pales fixes disposées sur la paroi interne du cylindre. Le récipient est chauffé par injection de vapeur vive. Les fruits ont leur pulpe écrasée sous l'action des pales tournantes. On les arrose par intermittence avec de l'eau chaude. Cette eau entraîne, par la plaque perforée formant le fond du cylindre, de l'huile, des boues, et des petits morceaux de fibres et d'épicarpe. Il reste dans l'appareil les noix et les fibres lavées. Le liquide total de l'extraction est chauffé pour provoquer et accélérer la décantation de l'huile.

Bien que séduisant par sa simplicité, ce procédé offre de graves inconvénients. On trouve bien après l'extraction les fibres et les noix apparemment bien déshuilées, mais l'huile retenue par les fibres résiduelles est bien loin de représenter toute la perte d'huile de l'opération. Les utilisateurs sont unanimes à accuser les boues, qui se présentent comme de très nombreuses petites particules gonflées, en suspension dans l'eau, comme la cause de l'importante perte d'huile supplémentaire. Comme ces boues flottent vers la limite de la séparation de la couche d'huile et de la couche d'eau dans le liquide d'extraction, ils en déduisent généralement que ces boues en gênant la décantation et en se souillant d'huile, provoquent la perte d'huile constatée.

Jusqu'ici il semble bien que le rendement de l'extraction par malaxage-lavage reste inférieur à celui des presses. On remarque également une grande instabilité dans son rendement. Nous avons constaté qu'en moyenne celui-ci oscillait entre 65 et 75 %, en utilisant un appareillage semi-industriel (650 kg. de fruits traités par jour).

B) Extraction par pression

Les presses sont utilisées depuis de nombreuses années pour extraire

l'huile de la pulpe des fruits. Des modèles divers ont été essayés, tant au point de vue industriel, semi-industriel qu'au point de vue artisanal. Retenons seulement les deux types de presses qui ont été généralement adoptés : les presses hydrauliques - les presses continues à vis sans fin. Dans les deux cas, on presse les fruits après les avoir malaxés à chaud. On récupère les noix dans le gâteau résiduel de la pressée.

L'utilisation de presses hydrauliques puissantes a permis d'atteindre des rendements de l'ordre de 90 %. Malgré une préparation de plus en plus poussée des fruits (stérilisation sous pression, malaxage à chaud, etc...) avant de les passer aux presses, on n'a pas pu dépasser ce rendement. Une partie de l'huile reste retenue par les fibres. On peut remarquer aussi la production de boues lors de la pressée, moins importante que dans le procédé de malaxage-lavage il est vrai. Ces boues renferment encore de l'huile. Les presses hydrauliques de modèle plus réduit : échelle semi-industrielle (2 tonnes de fruits par jour) permettent d'obtenir des rendements de 70 à 85 %, mais elles sont lourdes et coûteuses.

La presse hydraulique à l'échelle artisanale a été abandonnée, comme peu pratique et d'un rendement insuffisant.

Il existe également des presses mécaniques à vis sans fin. Leurs avantages sur les presses hydrauliques sont de pouvoir travailler en continu, d'être plus légères, et de coûter moins cher. Elles s'usent par contre un peu plus vite que les presses hydrauliques. Leur rendement est sensiblement le même que celui de ces dernières.

C) Extraction par la force centrifuge

Les fruits aux pulpes malaxées sont placés dans des paniers tournant à 1.000 tours/minute. Le rendement de ce procédé serait légèrement inférieur à celui des grosses presses hydrauliques, mais son utilisation serait assez délicate (la durée du malaxage, la teneur en eau de la pulpe, etc... auraient une grosse influence sur ce procédé).

D) Extraction par solvant

Il ne semble pas, ou très peu, répandu dans la zone tropicale, tout au moins pour l'extraction de l'huile de palme. L'étanchéité des appareils, les dangers de manipulation, et l'utilisation des solvants, poseraient des problèmes délicats dans l'exploitation de ce procédé sous la température tropicale, et avec la main-d'oeuvre indigène.

RECHERCHES ET PERFECTIONNEMENTS APPORTES AUX METHODES D'EXTRACTION

Dans le domaine industriel, les perfectionnements apportés à l'extraction de l'huile ont été surtout d'ordre mécanique. Dans les usines on a étudié l'emploi de moyens mécaniques puissants, groupés de manière à obtenir un fonctionnement en continu. Les deux principales méthodes restent la pression (presses continues à vis ou presses hydrauliques) et la force centrifuge (essoreuses). Comme il reste de l'huile dans les fibres après la pressée, on

a essayé de récupérer cette huile en lavant les fibres à l'eau chaude, ou en les soumettant à des jets de vapeur sous pression. Cette récupération s'est avérée impossible jusqu'ici, et d'autre part on n'a pas pu réduire assez efficacement la perte d'huile des boues, malgré l'emploi de centrifugeuses.

Dans les domaines semi-industriel et artisanal, de nombreux appareils ont été essayés sans grand succès. Leur rendement s'est toujours avéré trop en dessous de celui des usines.

Le problème de l'efficacité des méthodes d'extraction à l'échelle semi-industrielle ou artisanale est pourtant lié étroitement au développement de la production d'huile de palme, car l'absence de grandes plantations, comme celles d'Extrême-Orient, limite en Afrique l'utilisation des usines modernes aux régions seules où l'on trouve une concentration suffisante de palmiers. Il existait seulement en Afrique française des presses hydrauliques, des presses continues à vis et quelques appareils d'extraction par malaxage-lavage, en trop petit nombre, et d'un modèle déjà ancien. La plus grande partie de la production d'huile de palme provient des méthodes d'extraction des indigènes qui, nous l'avons déjà dit, sont rudimentaires et peu efficaces.

On remarque qu'il n'existe dans la littérature aucune donnée précise sur les constituants organiques de la pulpe. Les études qui furent basées au départ sur l'observation d'un facteur conditionnant l'extraction, n'ont pas été poursuivies au-delà, et n'ont pas abouties surtout au but recherché, c'est-à-dire apporter une amélioration efficace aux procédés d'extraction existants, et d'autre part permettre d'augmenter suffisamment les rendements des procédés utilisés à l'échelle semi-industrielle et artisanale.

Ces études ont cependant posé les conditions du problème. Fickendey (2) étudie l'influence de la quantité d'eau ajoutée aux fruits pendant le malaxage. Par addition de 3 à 4 volumes d'eau pour 1 de fruits, on détruirait l'émulsion stabilisée par des "colloïdes protecteurs", et la récupération de l'huile en serait facilitée. Cet auteur estime que ces colloïdes protecteurs sont une "gomme végétale", et il estime que : "si on connaissait ses propriétés on aurait la possibilité de lutter contre elle".

Dans une autre étude, Fickendey (1) tente d'isoler et d'identifier cette gomme végétale. Il la précipite par l'alcool et propose de la doser par la mesure du sucre réducteur qu'elle donne après hydrolyse avec l'acide chlorhydrique. Mais il ne pousse pas plus avant cette identification sommaire, et signale seulement que la gomme dégage du furfural pendant l'hydrolyse.

C'est encore à la teneur en eau de la pulpe au moment de l'extraction qu'il fait appel pour interpréter les différences de rendement observées dans le traitement des fruits de Sumatra par comparaison avec les fruits africains, plus faciles d'après lui, à traiter que les premiers. La gomme végétale fournirait des boues plus ou moins gonflées, c'est-à-dire plus ou moins gênantes, suivant la quantité d'eau présente.

Une étude plus récente a été publiée par Ch. Vanneck (3). Cet auteur signale lui aussi que l'emploi d'appareils de plus en plus perfectionnés n'a pas conduit au résultat espéré, et qu'il était nécessaire d'avoir avant tout une connaissance précise de la matière à traiter. Il suppose l'existence dans

la pulpe d'une émulsion huile/eau, et que le renversement de celle-ci en émulsion eau/huile, obtenu par une dessiccation ménagée des fruits, était la cause de l'amélioration de l'extraction. Nous retenons dans son étude trois remarques pertinentes :

- 1) l'auteur fait observer qu'après le malaxage effectué dans les meilleures conditions, il subsiste quand même de l'huile dans des cellules intactes, et qu'il serait nécessaire de laminier ces boues.
- 2) l'auteur insiste sur la préparation que l'on doit faire subir aux fruits avant l'extraction (mode et durée de stérilisation)
- 3) l'auteur déclare aussi : "une faible teneur en huile des fibres épuisées n'est pas un critérium de bonne préparation ni de bonne extraction dans le procédé humide".

Malgré ces études la connaissance des facteurs essentiels conditionnant l'extraction de l'huile est restée insuffisante, sans doute parce que l'identification et le dosage des constituants de la pulpe n'avaient pas été réalisés au préalable.

C'est pour tenter de combler en partie cette importante lacune que nous avons procédé en premier lieu à l'étude des caractères physiques et chimiques de la pulpe les plus apparents (4-5) puis que nous avons utilisé les connaissances acquises en cette matière pour préciser les causes des pertes d'huile dans les méthodes d'extraction par voie humide et par pression. Enfin, nous avons pu conclure par la mise au point d'un procédé d'extraction utilisant la vapeur saturée.

REMARQUE SUR LES METHODES D'ANALYSE EMPLOYEES

Une certaine incertitude règne encore sur le choix et l'exactitude de nombreuses méthodes de dosage de constituants organiques complexes des végétaux. La majorité des auteurs qui ont étudié l'analyse des bois par exemple, n'ont pas réussi à unifier ces méthodes, malgré un très grand nombre de travaux.

Nous avons utilisé de préférence les méthodes d'analyse qui avaient fait l'objet de ces études critiques et qui sont couramment appliquées dans la pratique, en prenant soin de détailler les techniques que nous employons.

Notre travail d'identification et d'analyse ne peut prétendre à donner une connaissance complète de tous les constituants de la pulpe. Nous avons toujours été guidé au cours de notre étude par le souci de déterminer surtout les caractères physiques et chimiques qui pouvaient avoir une influence sur l'extraction de l'huile. Etant donné l'importance du rôle que nous ont paru jouer les composés pectiques dans ce domaine, nous avons déterminé ces composés par des méthodes différentes, afin de nous permettre de confirmer nos chiffres. Dans l'analyse des constituants minéraux nous avons retenu seulement les dosages de calcium et de magnésium, à cause des modifications importantes que font subir ces éléments aux composés pectiques.

Enfin, il convient d'insister sur le fait que les fruits étudiés par

nous sont originaires du Dahomey. On trouve des différences considérables dans leur composition physique par exemple : dimensions, poids, % de pulpe, % d'eau de la pulpe, etc... par rapport aux fruits de palme en provenance des régions plus favorisées pour la culture des Elaeis.

Ce travail a été réalisé dans le cadre des recherches entreprises par l'I.R.H.O., et exécuté dans les laboratoires de la station expérimentale principale de l'I.R.H.O. à Pobé (Dahomey).

Je remercie Mr le Professeur Combes du grand honneur qu'il me fait en présidant cette thèse. J'exprime également mes remerciements à MM. les Professeurs Quelet et Aubel qui ont bien voulu accepter également de juger mon travail.

Je remercie vivement Mr P. MICHAUX, Inspecteur Général de l'I.R.H.O. qui a suivi mes recherches avec intérêt, et qui a été l'instigateur des travaux entrepris par l'I.R.H.O. dans ce domaine.

J'exprime ma gratitude à Mr Ferrand, directeur du Centre de Recherches de l'I.R.H.O., qui a facilité et encouragé mes travaux, ainsi qu'à Mr Pech, directeur de la station de Pobé qui a mis à ma disposition le personnel et le matériel nécessaires aux essais technologiques.

Première partie

ETUDE DES CARACTERES PHYSIQUES ET CHIMIQUES DE LA PULPE

- I - Description et composition physique du fruit et de la pulpe.
- II - Caractères physiques et chimiques apparents de la pulpe.
- III - Etude quantitative des constituants de la pulpe.
- IV - Résultats.

I - DESCRIPTION ET COMPOSITION PHYSIQUE DU FRUIT ET DE LA PULPE

1) Le fruit.

L'Elaeis Guineensis, ou palmier à huile, produit plusieurs régimes fructifères par année. Au Dahomey, le régime pèse de 6 à 8 kg. en moyenne. Il comprend une rafle centrale entourée en rangs serrés par les épillets qui supportent les fruits. Les fruits représentent de 45 à 55 % du poids du régime. Il y a de 1.000 à 2.000 fruits par régime. Les fruits par nous étudiés appartiennent à la variété courante Nigrescens, en deux types : le Dura, à coque moyenne, le Tenera, à coque mince.

Le fruit de palme est une drupe ovoïde, de couleur rouge orangé, quelquefois noire dans sa partie supérieure et blanc-jaunâtre dans sa partie inférieure. Au Dahomey, il pèse environ de 4 à 7 grammes, et mesure de 2 cm 5 à 4 cm de long sur 2 cm à 3 cm de large. Il est formé d'un épicarpe cutinisé, d'un mésocarpe huileux et fibreux, d'un endocarpe très dur renfermant une graine, plus rarement deux, ou même trois. Cette graine est également riche en huile (50 %).

Le mésocarpe avec l'épicarpe sont souvent désignés à tort par le terme "péricarpe". Le nom plus exact de pulpe est aussi employé, c'est ce dernier que nous utilisons dans notre travail.

C'est de la pulpe que l'on tire l'huile de palme, de couleur orange-rouge, riche en carotène. La graine ou palmiste donne l'huile de palmiste (beurre de palmiste en Europe), de couleur jaune clair, dont les propriétés se rapprochent de celles de l'huile de coprah.

Le fruit de palme en produisant ces deux sortes d'huiles est un oléagineux du premier intérêt, car les caractéristiques et les propriétés de ces huiles diffèrent.

TABEAU DES CARACTERES ANALYTIQUES

DE L'HUILE DE PALME ET DE L'HUILE DE PALMISTE (6)

<u>Huile de palme</u>	<u>Huile de palmiste</u>
Point de fusion : 27 à 45°	Point de fusion : 23 à 30°
Indice de saponification : 196 à 210	Indice de saponification : 242 à 254
Indice d'iode : 44 à 56	Indice d'iode : 16 à 23
Carotènes totaux : 0,12 %	
Acides gras :	Acides gras :
palmitiques = 37,5 à 43,8 %	laurique = 50 à 55 %
oléique = 38,4 à 49,5 %	myristique = 12 à 16 %
linoléique = 6,5 à 10,7 %	palmitique = 6 à 7,8 %
stéarique = 2,2 à 5,9 %	stéarique = 1,4 %
myristique = 1,2 à 5,9 %	oléique = 10 à 16,5 %
	linoléique = 0 à 1 %
	caprylique = 3 %
	caprique = 3 à 6 %

2) La pulpe.

Le % de pulpe sur fruit est extrêmement variable; nous notons
(Dahomey) (Type Dura = 35 à 45
(Type Tenera = 50 à 65

Dans le fruit frais, la pulpe se compose en moyenne de :

Huile = 50 %

Eau = 30 %

Fibres et débris cellulaires = 20 %

Notre intérêt se porte surtout sur l'étude de cette dernière fraction, car elle comprend les membranes glucidiques, le ciment intercellulaire et le contenu non lipidique des cellules, ainsi que les matières minérales. Nous appelons donc cette fraction : "pulpe séchée et déshuilée".

Il est possible de séparer mécaniquement, par des tamisages successifs, les fibres des débris cellulaires. On a :

Fibres = 70 %

Débris cellulaires = 30 %

Activité enzymatique de la pulpe.

On sait depuis longtemps qu'il existe dans la pulpe des fruits frais une lipase très active, responsable du développement de l'acidité de l'huile.

Cette lipase agit dès que le fruit est blessé, et que le mésocarpe est ainsi mis au contact de l'air. La montée de l'acidité est alors rapide; en vingt minutes il y a un véritable "saut d'acidité" qui porte le taux des acides gras libres de l'huile à 4 % environ. L'hydrolyse enzymatique de l'huile se poursuit ensuite plus lentement, mais peut finir par faire atteindre à celle-ci un taux de 50 % d'acides gras libres. Dans la pratique, on cuit, ou on stérilise, les fruits avant de les travailler mécaniquement, ce qui a pour conséquence de détruire la lipase.

Cependant la lipase est rendue inactive à partir de 40°C (7); les stérilisations effectuées à des températures très supérieures ont surtout pour effet de faciliter l'égrappage des fruits, et le ramollissement de la pulpe avant le malaxage.

Description de la pulpe

Elle se compose du mésocarpe, recouvert de l'épicarpe cutinisé. L'épaisseur du mésocarpe peut varier de 2 à 6 millimètres. Il est formé de nombreuses cellules oléiques, gorgées d'huile dans le fruit mûr, de quelques cellules à oxalate de calcium disposées en files, de petits faisceaux conducteurs, et d'un ensemble de fibres dures, de dimensions variées, qui en le traversant longitudinalement lui procurent une armature.

Les cellules à oxalate mesurent environ 140 x 55 microns, les fibres de grande taille 4 centimètres de long sur 350 microns de diamètre, les fibres moyennes, 2 centimètres 5 sur 250 microns, les fibres les plus petites mesurent seulement quelques millimètres de longueur sur 80 microns de diamètre.



Figure 1. — Coupe longitudinale d'un fruit de palme du type Tenera, grossi deux fois.



Figure 2. — Coupe de pulpe fraîche, montrant la disposition des fibres et des cellules à oxalate de calcium.

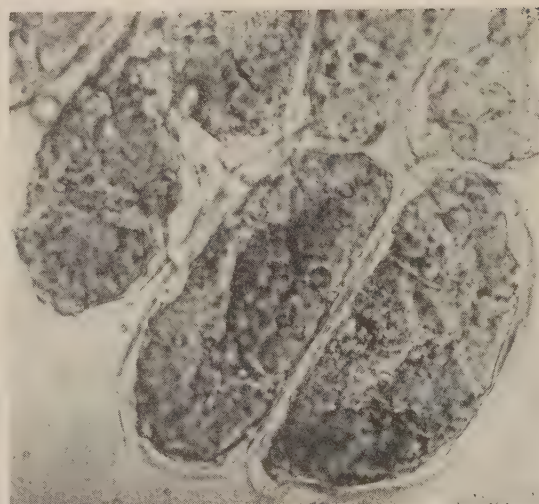


Figure 3. — Cellules oléiques à une température de 24° (huile semi-concrète).

Description de la cellule oléique.

Les cellules oléiques du mésocarpe renferment l'huile de palme. Elles sont de forme oblongue, irrégulière. Les cellules du centre mesurent en moyenne 60×25 microns, celle de la périphérie 20×15 microns environ.

Dans l'ensemble, la lamelle moyenne a une épaisseur qui évolue de 0,5 à 3 microns suivant l'endroit. La membrane glucidique (8) est très mince et élastique, son épaisseur est de 0,6 à 0,8 microns. L'huile occupe au centre la presque totalité de la cellule, sous l'aspect d'une petite flaque continue d'huile, de couleur jaune intense. On peut y distinguer, à un fort grossissement, quelques filaments de cytoplasme, mais apparemment aucune trace d'eau. Une pellicule protoplasmique réduite se situe autour de la flaque huileuse, et paraît être en contact avec la membrane glucidique.

On remarque qu'à une température inférieure à 25 degrés l'huile passe de l'état fluide à un état semi-concrêt. En dessous de 20 degrés on peut observer la formation de cristaux dans la masse d'huile. Une observation analogue a déjà été faite sur les cellules oléiques de la graine du fruit de l'Elaeis, par Henry (9).

II - CARACTERES PHYSIQUES ET CHIMIQUES APPARENTS DE LA PULPE

1) La pulpe pendant la maturation du fruit.

En vue de déterminer les caractères physiques et chimiques les plus apparents de la maturité dans la pulpe, nous avons effectué de nombreux dosages d'huile, d'eau et de pectine libre, sur la pulpe des fruits au cours de leur maturation.

Ces analyses ont porté sur des fruits des types Tenera et Dura, sélectionnés par la station de Pobé, au long d'une période allant de 35 jours avant la maturité des régimes, jusqu'à leur récolte.

L'évolution du taux des trois éléments suivants : huile, eau, pectine soluble, se montre particulièrement significative.

La teneur en huile est dosée sur pulpe sèche, d'abord avec un micro Kumagawa, puis avec des extracteurs Soxhlet lorsque cette teneur devient appréciable. L'eau est déterminée sur la pulpe fraîche, par dessiccation à l'étuve à 95° , achevée au dessiccateur sous vide. La pectine est dosée sur l'extract par l'eau chaude de la pulpe séchée et déshuilée (voir page 17) par la méthode de "l'indice de pectate de calcium" (voir page 22).

D'autre part, on remarque que la dureté de la pulpe diminue au cours de la maturation, cette modification paraît être en relation avec l'augmentation du taux de pectine libre. Des observations analogues ont déjà été faites dans l'étude de la maturation des pêches et des poires (10).

J. avant la récolte	% huile sur pulpe sèche	% eau sur pulpe fraîche	% pectine libre sur pulpe séchée et déshuillée
35	4 (micro K.)	73	0,8
30	5 "	72	0,9
25	7 "	65	1,0
20	13 "	56	1,1
18	18 (Soxhlet)	53	1,2
15	28 "	46	1,4
12	40 "	41	1,8
10	51 "	38	2,2
8	60 "	35	2,5
5	71 "	33	3,3
2	76 "	30	4,0
Récolte	78 "	28	4,0

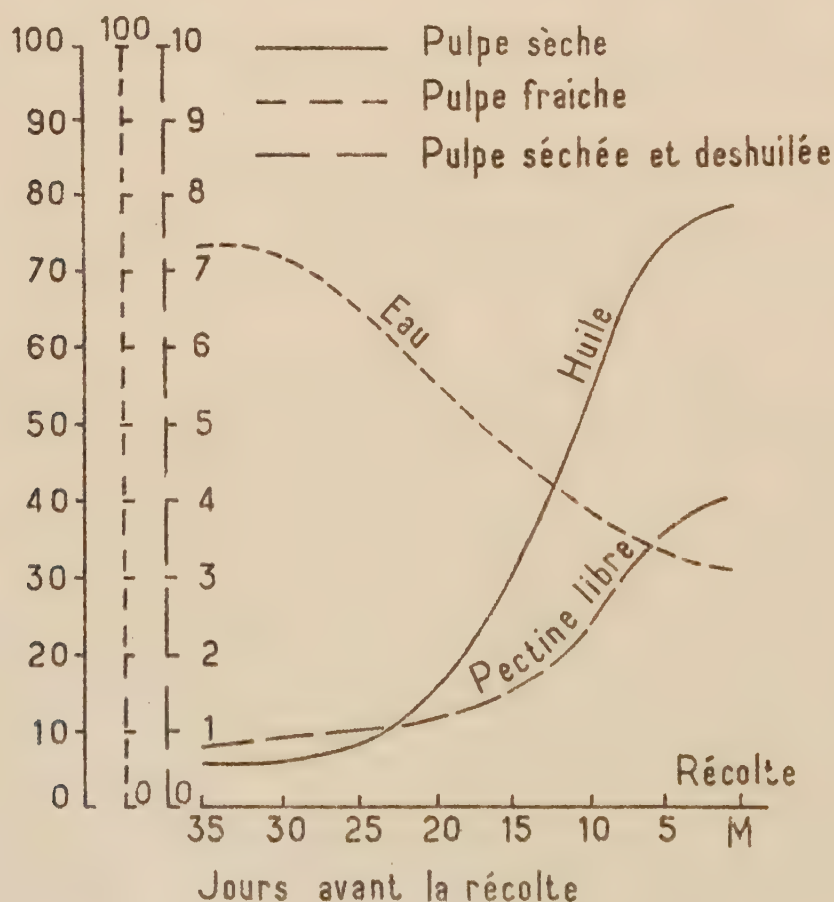


Figure I Evolution des teneurs en huile, en eau, et en pectine soluble, dans la pulpe du fruit de palme au cours de la maturation.

2) Modification de la dureté de la pulpe sous l'effet de la stérilisation.

Nous mesurons la résistance de la pulpe à l'écrasement avec un pénétrromètre simplifié, comprenant un tube coulissant librement, terminé par une section carrée, pleine, de 1 cm de côté, qui appuie sur le fruit. La partie supérieure du tube comporte un plateau soudé sur lequel on place des poids jusqu'à enfoncement du tube dans la pulpe.

Il faut une pression de 5 kg 500 par cm^2 pour écraser la pulpe des fruits frais murs. Après 10 minutes de séjour à l'autoclave à 110 degrés, la pulpe n'offre plus que 3 kg/ cm^2 de résistance à l'écrasement. Cette résistance n'est plus que de 2 kg 400/ cm^2 au bout de 45 minutes du même traitement; la prolongation de la durée de la stérilisation à 110° au-delà de ces 45 minutes n'amène pratiquement plus de changement dans la consistance de la pulpe.

En portant la stérilisation des fruits à 120 degrés, on atteint déjà au bout de 30 minutes la résistance de la pulpe à l'écrasement de 2 kg 400/ cm^2 . La prolongation de la stérilisation ne diminue plus la résistance de la pulpe, au contraire, celle-ci augmente légèrement, parallèlement avec la perte d'eau de la pulpe, qui est plus forte à 120° qu'à 110°.

Une dessiccation plus poussée met en évidence le fait que la diminution de la teneur en eau de la pulpe des fruits frais ou stérilisés provoque l'augmentation de sa résistance à l'écrasement. Ainsi on atteint une résistance de 5 kg/ cm^2 pour la pulpe de fruits ayant été stérilisés à 110 degrés pendant 1 heure, et desséchés à l'étuve jusqu'à une teneur en eau de la pulpe de 7 %. Ces phénomènes de changement de consistance peuvent être imputés aux modifications de structure subies par les matières pectiques de la pulpe sous l'action combinée de la chaleur et de l'humidité présente dans la pulpe. S'agit-il de la transformation de la pectose en pectine, ou plus simplement, de la pectine gélifiable en hydratopectine pseudo-soluble ? Nous n'avons pu le déterminer; peut-être y a-t-il des deux ?

Ce changement de structure une fois achevé, cela expliquerait pourquoi la résistance de la pulpe atteint ce point limite au-delà duquel elle ne peut plus descendre. Naturellement, la dessiccation des composés pectiques et des autres constituants ne peut qu'augmenter cette résistance par la suite.

3) Essais d'identification des constituants de la pulpe.
Composés pectiques.

a) Rôle de structure (expérience due à Mangin)

On immerge des coupes de pulpe déshuilées dans du réactif de Schweitzer, d'autres dans une solution d'oxalate d'ammonium. Après le traitement, il subsiste pour les premières une trame continue, dessinant les formes des membranes. Pour les secondes, il n'y a plus que des coques dispersées. La liqueur de Schweitzer (réactif cuproammoniacal) dissout la cellulose et laisse intactes les matières pectiques. L'oxalate d'ammonium dissout les matières pectiques, et les enveloppes cellulosiques se dispersent sans aucun lien.

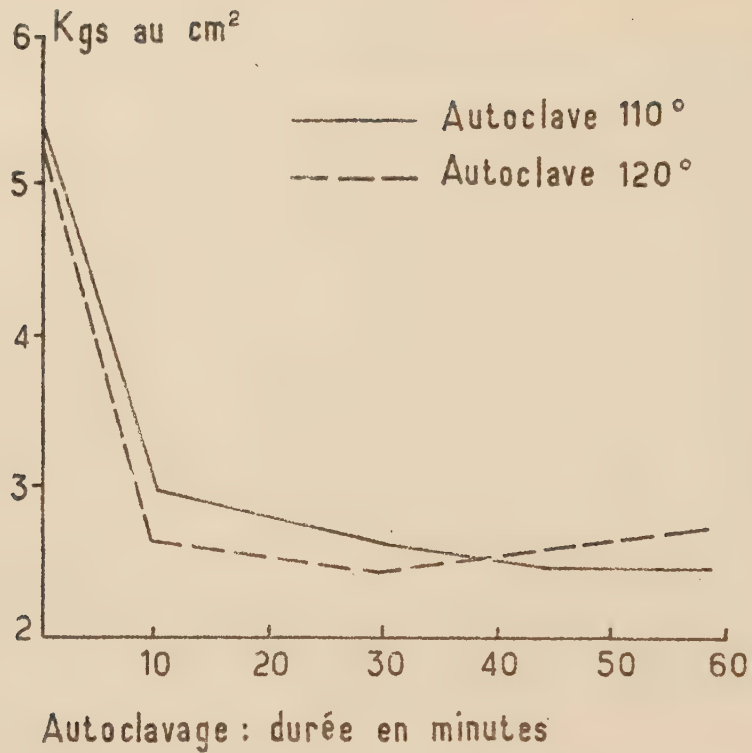


Figure II Influence de la stérilisation sur la résistance de la pulpe à l'écrasement.

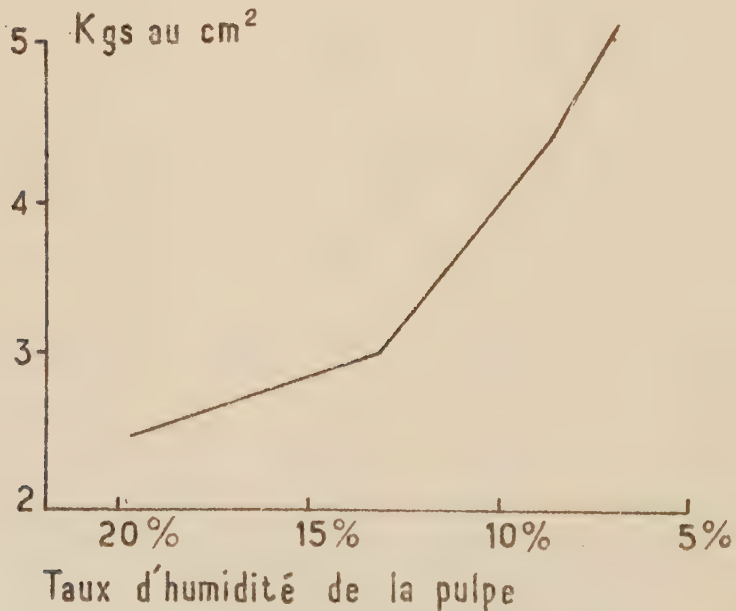


Figure III Influence de la dessiccation (étuve) sur la résistance de la pulpe de fruits stérilisés à l'écrasement.

b) Réaction d'identification (Tollens)

Les acides uroniques étant les constituants fondamentaux des composés pectiques, on effectue sur la pulpe déshuilée la réaction spécifique au naphtorésorcinol chlorhydrique (voir détail page 15). On obtient la formation de flocons bruns, dont la solution benzénique est d'un beau violet, et présente la bande d'absorption dans le vert. Il s'agit donc bien de la présence d'acides uroniques dans la pulpe.

Sucre réducteur :

L'extrait par l'eau de la pulpe réduit la liqueur de Fehling et donne positivement la réaction de Molisch à l' α naphtol.

Tanins :

L'extrait par l'eau donne la réaction colorée bleu vert des tanins catéchiques par addition de perchlorure de fer.

Pentosanes :

Par chauffage avec l'acide chlorhydrique la pulpe déshuilée produit du furfural, identifié par l'acétate d'aniline qui donne une couleur rouge. Comme les acides uroniques dégagent eux-mêmes du furfural dans les mêmes conditions, on répète l'essai sur de la pulpe préalablement épuisée par une solution d'oxalate d'ammonium. La réaction reste positive.

Rôle des "glucides facilement hydrolysables" dans la structure des membranes.

Si l'on traite des coupes déshuilées par un acide dilué (SO_4H_2 à 2 %) à l'ébullition, on constate qu'au bout de 4 heures ces coupes se sont entièrement disloquées, et on voit au microscope que les membranes se sont dispersées en débris. Ces débris ne peuvent se dissoudre que dans la liqueur de Schweizer, ils sont donc constitués de cellulose. Les "glucides facilement hydrolysables" de G. Bertrand jouent donc un rôle de premier plan dans la structure des membranes, alliés avec la cellulose.

Matières azotées.

Le tanin, l'acide acétique sont sans effet sur une solution aqueuse obtenue par macération de la pulpe déshuilée dans l'eau chaude ou l'eau froide. L'acide trichloracétique n'y produit qu'un trouble très minime, la réaction du Biuret n'est pas concluante. On ne peut donc pas invoquer la présence appréciable d'albumines végétales solubles dans l'eau. L'azote paraît être engagé avec certains constituants de la pulpe, d'où on peut le déterminer par la méthode de Kjeldahl.

Absence d'amidon

L'essai est effectué sur l'extrait par l'eau chaude de la pulpe déshuilée. Dans un tube à essai on verse 5 cc de cet extrait, puis une goutte de solution iodo-iodurée : il n'apparaît aucune coloration bleue, ni à chaud, ni à froid.

4) Etude de la consistance et de la nature pectique du ciment intercellulaire.

Si l'on immerge une coupe pratiquée dans la pulpe dans une solution étendue de bleu de méthylène, on constate que les membranes se colorent en bleu, et la lamelle moyenne en violet. Cette première observation fait soupçonner déjà la nature pectique du ciment intercellulaire.

Plongées pendant plusieurs heures dans de l'eau froide, des coupes épaisses de pulpe restent pratiquement entières. Elles se disloquent par contre si elles séjournent 90 minutes dans l'eau à 98-100°. On observe alors la dispersion des cellules, isolées ou en petits groupes dans l'eau. Ces cellules sont individuellement intactes et renferment toujours leur huile. Si l'on opère sur des coupes de pulpe de fruits préalablement stérilisés, on assiste au même phénomène, mais celui-ci est considérablement accéléré. Cette dispersion des cellules par entraînement du ciment intercellulaire peut être aggravée ou entravée par addition de certaines substances.

En solution à 0,5 %	Pulpe de fruits frais Durée du traitement à chaud (98-100°)				Pulpe de fruits stérilisés Durée du traitement à chaud (98-100°)			
	30'	60'	1 h. 30	3 h.	5'	15'	20'	3 h.
Acide chlorhydrique	+				+			
Acide oxalique		+			+			
Oxalate d'ammonium			+			+		
Baryte Chaux				pas de dislocation				pas de dislocation
Témoin : eau			+				+	

+ = dislocation des coupes

L'action de ces substances sur le ciment intercellulaire est identique à celle qu'elles exercent sur les composés pectiques isolés. Comme l'effet le plus rapide est obtenu par les acides dilués, précédant même ceux de l'oxalate d'ammonium et de l'eau pure, nous inclinons à adopter les vues de Devaux (11) sur la composition de la couche mitoyenne qui, d'après cet auteur, est formée de pectose. La faculté de dispersion du ciment intercellulaire et sa pseudo solubilité augmentent avec la maturation du fruit, ce qui amène à croire qu'une grande partie de la pectose se transformerait en pectine libre dans le fruit mûr.

L'influence de l'eau de baryte et de l'eau de chaux qui empêchent la dislocation du ciment intercellulaire, est significative. Il y a formation de pectates de baryum ou de calcium, qui sont insolubles dans l'eau, même à chaud.

Ciment intercellulaire et les fibres

Les cellules oléiques qui entourent les fibres y restent attachées, ou s'en séparent, dans les mêmes conditions que celles qui viennent d'être décrites pour le groupe des cellules.

Lorsqu'on arrache une fibre de la pulpe, un certain nombre de cellules oléiques restent collées autour de cette fibre. L'eau froide ne peut les y détacher, mais une ébullition de 90 minutes provoque leur dispersion. Une solution d'acide dilué, ou d'oxalate d'ammonium accélère cette dispersion, tandis que les solutions étendues de chaux ou de baryte la gêne considérablement. Enfin, une stérilisation préalable du fruit facilite ensuite le détachement des cellules de la surface de la fibre. Ce serait donc le ciment intercellulaire qui lierait les cellules les unes aux autres, et aux fibres.

Identification de la nature pectique du ciment intercellulaire

Après la dislocation des coupes par l'eau chaude, on filtre et on recueille le filtrat. On essaie sur celui-ci les réactions classiques de précipitation des matières pectiques :

addition d'eau de chaux :	coagulation	
"	" baryte :	coagulation
"	d'un volume triple d'alcool :	précipité floconneux
"	de sulfate de cuivre en solution :	coagulation énergique
"	d'acétate de plomb en solution :	précipité abondant.

Le filtrat donne également les réactions colorées suivantes :

Réaction au naphtorésorcinol chlorhydrique de Tollens (12).

On mélange 5 cc du filtrat avec 1 cc de naphtorésorcine en solution à 1 % dans l'alcool et 5 cc d'acide chlorhydrique pur. On porte au bain-marie bouillant pendant 5 minutes. Il se forme des flocons bruns, que l'on peut dissoudre dans le benzène avec production d'une coloration remarquable en violet, et qui présente une bande d'absorption très nette dans le vert, à la raie limite D du sodium.

Cette réaction met en évidence la présence d'acides uroniques, elle est spécifique et n'est pas gênée par la présence d'hexoses ou de pentoses (12). Réaction III de Dische à l' α naphtol (13).

1 cc de la solution est additionné de 0 cc l de solution d' α naphtol à 10 % dans l'alcool à 96°, et de 8 cc d'acide sulfurique pur. On obtient une coloration brune, qui serait caractéristique de la présence d'acides uroniques, d'après cet auteur.

Il est donc certain que le ciment intercellulaire est de nature pectique et qu'il peut être solubilisé par l'eau chaude (pectine libre), ou bien rendu insoluble par addition de chaux ou de baryte.

Signalons aussi que le ciment intercellulaire en solution aqueuse est optiquement vide à l'ultra microscope, ce qui correspond à la nature des gels (14).

III - ETUDE QUANTITATIVE DES CONSTITUANTS DE LA PULPE

1) Constituants généraux de la pulpe séchée et déshuilée.

Après élimination de l'eau et de l'huile, des essais quantitatifs ont montré que l'on peut séparer les constituants de la pulpe en quatre fractions principales :

Extrait par l'eau
Substances facilement hydrolysables
Cellulose et lignine
Cendres

Cette séparation permet de se faire une idée d'ensemble sur la composition de la pulpe déshuilée, et facilite le choix des méthodes analytiques à employer ultérieurement.

1/ Extrait par l'eau (voir détail page 17)

exprimé en % de la pulpe sèche et déshuilée = 20

2/ Substances facilement hydrolysables.

Nous entendons par ce terme le groupe global des substances que l'on peut hydrolyser avec l'acide sulfurique à 2 %, et que G. Bertrand (15) appelle "les glucides facilement hydrolysables".

Pour calculer le taux des substances hydrolysées, on soustrait de 100 le poids de l'extrait par l'eau et le poids du résidu insoluble de l'hydrolyse. Dans les conditions de l'opération, on aboutit à un palier au bout de 4 heures 30 d'ébullition.

Durée de l'hydrolyse

Taux des substances hydrolysées par SO_4H_2 à 2 %

0 heure 30	27 %
1 " 30	35,4 %
2 " 30	35 %
3 " 30	36 %
4 " 30	38 %
5 "	38 %

Parallèlement on titre le pouvoir réducteur des jus de l'hydrolyse (page 19).

3/ Cellulose et lignine

Cellulose : elle est déterminée par la méthode de Kürschner et Hoffmann (16). Dans cette méthode, la délignification est obtenue par l'acide nitrique

en milieu alcoolique bouillant, la nitrolignine formée étant dissoute dans l'alcool.

Dans un ballon de 250 cc, surmonté d'un réfrigérant rodé, on place 1 gramme de pulpe séchée et déshuilée avec 20 cc d'alcool à 95° et 5 cc d'acide nitrique concentré. On place le ballon dans un bain-marie à l'ébullition, en plaçant l'appareillage à l'abri de la lumière solaire. Au bout d'une heure, on filtre sur creuset de verre filtrant, et on recommence l'attaque du résidu par l'alcool nitrique. L'opération doit être menée 4 fois avant de pouvoir obtenir un résidu coloré. On y ajoute ensuite 50 cc d'eau distillée et on chauffe au bain-marie bouillant pendant 30 minutes. On pratique une filtration d'essai pour vérifier que le résidu ne contient plus d'acide. Dans le cas contraire, on recommence le lavage à l'eau chaude additionnée de quelques gouttes d'acétate de sodium en solution concentrée. On filtre sur creuset de verre filtrant, en lavant abondamment à l'eau bouillante. On sèche le résidu à l'étuve à 105°, et on pèse à poids constant.

Cellulose en % de la pulpe séchée et déshuilée = 22

Lignine : on emploie la méthode à l'acide sulfurique de Sherrard et Harris (17). On prélève 2 grammes de pulpe séchée et déshuilée, que l'on lave d'abord par de l'alcool, puis avec de l'eau. La matière est ensuite introduite dans un erlenmeyer avec 20 cc d'acide sulfurique à 70 %, refroidi à 10 degrés. On agite 3 minutes en maintenant le mélange à 10 degrés. Après 1 heure de repos, on agite à nouveau, et on place le récipient à la glacière à 10 degrés pendant 15 heures.

On dilue avec 38 volumes d'eau, on essore, et on reprend le résidu par de l'eau distillée. On fait bouillir le mélange 30 minutes, on essore et on lave à l'eau bouillante pour éliminer l'ion SO_4 . On sèche à l'étuve à 60°, puis au dessiccateur sous vide.

Lignine en % de la pulpe séchée et déshuilée = 14

4/ Cendres

Cendres en % de la pulpe séchée et déshuilée = 7

Constituants généraux de la pulpe séchée et déshuilée.

Extrait par l'eau	20 %
Substances facilement hydrolysables	38 %
Cellulose	22 %
Lignine	16 %
Cendres	7 %

2) Constituants organiques de la pulpe.

Dosage de l'extrait par l'eau.

1) Il s'effectue sur la pulpe séchée et déshuilée, finement broyée. Pour éviter la dégradation de certaines substances, comme les pectines par exemple, cette extraction est pratiquée en dessous du point d'ébullition de l'eau.

2 grammes de pulpe séchée et déshuilée sont traités pendant 1 heure par 50 cc d'eau, à une température de 90 degrés. On filtre, on lave à l'eau chaude, et on complète à 100 cc. On en prélève 50 cc que l'on évapore à l'é-tuve, puis au dessiccateur jusqu'à poids constant. Ce poids d'extrait par l'eau varie de 18 à 24 % environ de la pulpe séchée et déshuilée, suivant l'origine des échantillons.

2) Il est intéressant de connaître sa tension superficielle à des dilutions différentes. On dilue le résidu sec de cet extrait avec des volumes croissants d'eau bidistillée, et on mesure la tension superficielle de chaque solution avec le tensiomètre absolu et la méthode de Lecomte du Noüy (18).

<u>Dilution de l'extrait</u>	<u>T.S. (en dynes/cm²)</u>
1/10	47
1/20	52
1/30	55
1/40	56
1/50	57

3) Sur la portion restante des 50 cc de l'extraction, on détermine l'acidité apparente, que l'on exprime en cc d' SO_4H_2 normal sur poids de pulpe séchée et déshuilée : 100 gr pulpe = 4 cc 6 de $\text{SO}_4\text{H}_2\text{N}$.

4) Le PH de l'extrait par l'eau est effectué avec un appareil à électrode de verre, étalonné avec des solutions tampon de référence: PH de l'extrait par l'eau = 4,8 (chiffre moyen).

5) On détermine sur cet extrait par l'eau les éléments suivants :

- le pouvoir réducteur exprimé en glucose
- les matières tannifères exprimées en tanin
- le pouvoir furfurogène exprimé en pentosanes
- la pectine libre par la méthode au pectate de calcium et par décarboxylation des acides uroniques
- les matières azotées par micro Kjeldahl.

Dosage du pouvoir réducteur

Nous utilisons la méthode de Shaffer et Hartmann (19) pour doser les sucres réducteurs. Son principe consiste en la réduction du sulfate de cuivre par le glucide, oxydation de l'oxyde cuivreux formé par l'iode naissant, se dégageant d'une solution d'iodure et d'iodate de potassium en milieu acide. L'iode en excès est titré avec une solution 0,005 N de thiosulfate. Une table de correspondance établie par Stiles, Peterson et Fred (20) permet de passer directement du thiosulfate employé au glucose correspondant. Un essai "à blanc" avec les réactifs est effectué lors de chaque série de dosages.

Défécation : nous employons la technique de Stiles, Peterson et Fred (20) que ces auteurs utilisent avec succès pour la défécation des cultures microbiennes - 10 cc de la solution à doser sont neutralisés par la soude en présence de phénolphtaléine. On ajoute 1 cc d'acétate basique de plomb à 33 %, puis après agitation 3 cc d'une solution de phosphate bisodique à 10 %. On dilue avant de centrifuger.

Réducteur exprimé en glucose % :

Pulpe séchée et déshuilée provenant de fruits frais = 1,2

Pulpe séchée et déshuilée provenant de fruits stérilisés = 1,3 à 1,4.

Pouvoir réducteur de l'hydrolysât des "glucides facilement hydrolysables"

Dans sa méthode de dosage des hêmi-celluloses, G. Bertrand (15) effectue une hydrolyse de la matière avec l'acide sulfurique à 2 % à l'ébullition, jusqu'à atteinte d'un palier. Nous avons déterminé le taux des substances solubilisées par l'hydrolyse précédemment (page 16). Nous dosons également le pouvoir réducteur des filtrats obtenus, en fonction de la durée de l'hydrolyse, avec la méthode de Shaffer et Hartmann (19) après neutralisation de la solution et défécation.

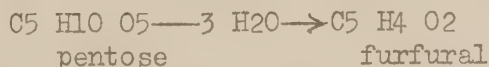
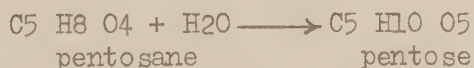
<u>Durée de l'hydrolyse</u>	<u>Glucose en % de la pulpe séchée et déshuilée</u>
30 minutes	3,2
1 heure 30	10,0
2 " 30	9,5
3 " 30	13,5
4 " 30	18,5
5 "	18,4

Dosage des tanins. - Nous utilisons la méthode de Deniges, Chelle et Labat (21) qui consiste à précipiter les tanins par l'acétate de zinc, puis à dissoudre le précipité dans l'acide sulfurique dilué. Après avoir étendu la solution, on titre avec le permanganate de potassium N/10 en présence d'acide sulfurique, et à une température de 65 degrés. Etant donné que nous n'avons pas déterminé la nature exacte des matières tannifères de la pulpe, on titre comparativement une solution étalon de tanin pur à l'eau, de 1 gramme 200 par litre, avec le permanganate N/10. Le dosage est pratiqué sur l'extrait par l'eau chaude, et rapporté au poids de pulpe séchée et déshuilée.

Tanin, en % de la pulpe séchée et déshuilée = 2

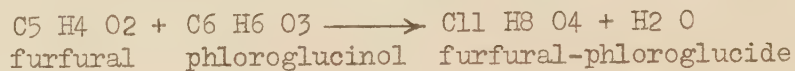
Dosage des pentosanes et des méthylpentosanes.

Pentosanes totales : leur dosage repose sur leur transformation en pentoses, puis en furfural, sous l'action de l'acide chlorhydrique à l'ébullition :



Habituellement le furfural formé est déterminé par gravimétrie avec le phloroglucinol ou l'acide thiobarbiturique, ou par volumétrie avec une solution de bromure-bromate.

La méthode classique est celle de Flint et Tollens (22). Le furfural est distillé avec l'acide chlorhydrique, puis précipité par sa combinaison avec du phloroglucinol :



Le précipité de phloroglucide est pesé, et l'on peut avec les tables de Kröber (23) passer du poids de phloroglucide à celui de furfural, de pentoses ou de pentosanes correspondants. Ces tables sont calculées empiriquement et tiennent compte de la correction de la solubilité du phloroglucide dans l'acide chlorhydrique.

Schorger (24) a normalisé cette méthode pour l'analyse des bois, et nous avons adopté sa méthode pour nos dosages. Réactifs nécessaires :

- 1) solution de phloroglucine. On chauffe 11 grammes de phloroglucine avec 300 cc d'acide chlorhydrique à 12 %. La solution est étendue à 1.500 cc avec CLH à 12 %. Si la phloroglucine contenait de la dirésorcine, celle-ci cristalliserait.
- 2) réactif à l'aniline. On ajoute à un mélange à volumes égaux d'aniline et d'eau, de l'acide acétique goutte à goutte jusqu'à obtention d'une solution claire.

Mode opératoire : On place 1 gramme de pulpe séchée et déshuilée, finement broyée, dans un ballon de 250 cc, muni d'un entonnoir à robinet, et relié à un réfrigérant aboutissant à une éprouvette graduée. On verse dans le ballon 100 cc d'acide chlorhydrique à 12 % et on chauffe le ballon entre 160-170 degrés, de manière à distiller 30 cc de liquide en 10 minutes. Le distillat est filtré et gardé dans un flacon bouché. Chaque fois que l'on recueille 30 cc de distillat on verse par l'intermédiaire de l'entonnoir à robinet 30 cc d'acide chlorhydrique à 12 % dans le ballon. On continue la distillation par fraction de 30 cc jusqu'à ce que le distillat ne donne plus de couleur rouge ou rose avec le réactif à l'aniline. Lors de la détermination du furfural dégagé de la pulpe, il nous a fallu en moyenne quinze fractions de 30 cc, et l'opération a duré 2 heures 30.

On ajoute ensuite au distillat total 80 cc de la solution de phloroglucine filtrée, et on porte le volume du liquide à 400 cc avec l'acide chlorhydrique à 12 %. Le phloroglucide de furfural précipite en un dépôt noir-verdâtre. Après un repos de 16 heures, et après avoir contrôlé si la quantité de phloroglucine était suffisante avec le réactif à l'aniline, on filtre sur un creuset de Gooch taré et garni d'une couche d'amiante. On lave avec 150 cc d'eau, puis on sèche à 105 degrés pendant 4 heures. On pèse dans un pèse-filtre le précipité étant très hygroscopique.

Méthylpentosanes totales (suite de la méthode de Schorger).

Les méthylpentosanes donnent, pendant la distillation avec l'acide chlorhydrique, des méthylpentosanes, puis du méthyl-furfural qui précipite également avec la phloroglucine. On peut avoir une idée approximative de la quantité de méthylfurfural précipité avec la phloroglucine en se basant sur la solubilité du précipité dans l'alcool, alors que le furfural-phloroglucide

y est insoluble (25). Cette séparation manque de précision, mais peut donner des indications utiles sur la présence de méthylpentosanes.

On ajoute 20 cc d'alcool à 95 % dans le creuset contenant le précipité total, et on le maintient 10 minutes au bain-marie à 60°. L'alcool est éliminé avec la trompe à vide, et l'opération est recommencée 4 fois dans les conditions de la première. Le creuset est remis à l'étuve et pesé.

Le phloroglucide de furfural n'est pas complètement insoluble dans l'alcool, chaque lavage en enlève 0,0014 (25), mais étant donné l'imprécision de la méthode, il vaut mieux ne pas en tenir compte.

Pouvoir furfurogène des acides uroniques.

De nombreuses recherches ont été effectuées sur le pouvoir furfurogène des acides uroniques, et les résultats, bien que pas très concordants, voisinent le chiffre de 20 %.

Lefèvre et Tollens (26) trouvent une production de furfural de 18,73 % sur la lactone glycuronique. Nanji, Paton et Ling (27) en trouvent 16,66 %. Ehrlich et Schubert (28) 20,6 % à partir d'acide α - D - galacturonique pur. Norris et Resh (29) en trouvent 21,33 % pour l'acide galacturonique pur, et 19,36 % pour l'acide glucuronique.

Nous avons adopté le chiffre moyen de 20 % pour le calcul de la production de furfural à partir des acides uroniques. Ceux-ci ont été déterminés par décarboxylation. C'est dans la fraction de furfural phloroglucide insoluble dans l'alcool que se trouve la combinaison du furfural issu des acides uroniques. C'est donc sur le calcul des pentosanes que nous avons tenu compte de la part de furfural dû aux acides uroniques.

100 gr. de matière sèche	Furfural total	Furfural des acides uroniques	Pentosanes	Méthylpentosanes
Pulpe séchée et déshuilée	13,3	1,07	14,6	7
Fibres résiduelles déshuilées du procédé de malaxage-lavage	16,7	0,47	21,2	6,8
Extrait par l'eau de la pulpe	16,4	3,7	20,8	3,5
Boues résiduelles déshuilées du procédé de malaxage-lavage	6,1	non dosé	6,5	4

Dosage des composés pectiques sous forme de pectate de calcium.

Cette méthode a été introduite par Carré et Haynes (30). Elle consiste à saponifier la pectine par la soude, le pectate de sodium soluble est transformé par le chlorure de calcium, en milieu acétique, en pectate de calcium insoluble. Emmet et Carré (31) éliminent les oxalates qui peuvent être présents par une purification préalable. Nanji et Norman (32) ont unifié ces techniques, et dosent sous forme de pectate de calcium (indice de pectate de Ca) les différents composés pectiques séparés d'après leur caractère de solubilité :

- a) l'eau élimine la pectine libre,
- b) l'acide oxalique à 0,5 % élimine la pectine libre et combinée,
- c) l'oxalate d'ammonium à 0,5 % enlève la pectine libre et combinée, l'acide pectique libre et combiné.

On a ainsi :

a = pectine libre

b - a = pectine combinée

c - b = acide pectique libre et combiné.

Indice de pectate de calcium et distribution des composés pectiques dans la pulpe (d'après Nanji et Norman).

Des portions de 5 grammes de pulpe séchée et déshuilée, réduites en poudre, sont traitées respectivement par l'eau chaude à 90 degrés pendant 1 heure, par l'acide oxalique à 0,5 %, par l'oxalate d'ammonium à 0,5 %, pendant 24 heures (1 heure à 90 degrés, 23 heures à 35 degrés). Les résidus sont lavés avec leur solvant, et les filtrats complétés à 250 cc. On prélève 100 cc de chaque solution, que l'on concentre à 25 cc, en neutralisant auparavant l'extrait obtenu par l'acide oxalique. On ajoute à chaque extrait concentré 3,5 volumes d'alcool à 95°, acidifié par quelques gouttes d'acide chlorhydrique. La concentration en alcool doit être de 70°. Après plusieurs heures de repos, on filtre sur de petits filtres plissés, en lavant abondamment avec de l'alcool acidifié. Puis les filtres et leur contenu sont placés dans des béchers. Les précipités des extraits par l'eau et par l'acide oxalique sont dissous par 50 cc d'eau bouillante, le précipité de l'extrait par l'oxalate d'ammonium par une solution très étendue d'ammoniaque. Les solutions sont à nouveau filtrées et les filtres rincés soigneusement avec leur solvant respectif. Les solutions finales sont ajustées à 100 cc et traitées à froid avec 100 cc de soude à 4 %. Après un repos de 12 heures, on ajoute 50 cc d'acide acétique N et 50 cc de chlorure de calcium à 11,1 %, aux trois solutions, et on les porte à l'ébullition pendant 5 minutes. Le pectate de calcium précipité est filtré à chaud et lavé à l'eau bouillante jusqu'à élimination du chlorure (essai au nitrate d'argent). Le précipité est séché à l'étuve et pesé. Ce poids est l'indice de pectate de Ca.

D'après Carré et Haynes (30) la teneur du précipité en calcium est de 7,63 %. Selon Norman (33) 7,5 % en moyenne. Il est donc possible d'exprimer également le résultat en acide polygalacturonique en utilisant le coefficient 0,928 (7,5 % de calcium).

Les manipulations nombreuses, et notamment les filtrations, et le lavage assez délicat du précipité, font que la méthode du pectate de calcium est moins précise que celle du dosage des acides uroniques par décarboxylation. Elle permet cependant des dosages en série, et la séparation commode des composés pectiques d'après leur caractère de solubilité.

Résultats en % de la pulpe séchée et déshuilée

	Indice de pectate de Ca	Calculé en acide polygalacturonique
Pectine libre	4	3,71
" combinée	1,7	1,57
Acide pectique libre et combiné	0,928	0,74
TOTAL :	6,628	6,02

Dosage des composés pectiques par décarboxylation des acides uroniques.

Le principe du dosage des acides uroniques par décarboxylation est dû à Lefèvre et Tollens. Il consiste à décomposer les acides uroniques par l'action de l'acide chlorhydrique à 12-18 % à l'ébullition, et à doser le gaz carbonique qui se dégage quantitativement. L'étude de la réaction faite par Mann et Tollens (34) a montré que l'acide uronique se scinde en furfuraldéhyde et en gaz carbonique :



et que pour un acide uronique il se dégage une proportion de 22,6 % de CO₂, et pour un polyuronique 25 %.

Les résultats trouvés par les différents auteurs sont concordants quant à la quantité de gaz carbonique dégagé, c'est dans le dosage de celui-ci que les méthodes varient.

Tollens et Lefèvre (26) et W.H. Dore (35) reçoivent le gaz carbonique, entraîné par un courant d'air décarbonaté, dans un tube absorbeur contenant de la potasse, pesé avant et après décarboxylation. Avant d'arriver à la potasse le gaz carbonique est lavé, puis purifié par passage dans des flacons desséchants.

Nanji, Paton et Ling (27) font barboter le gaz carbonique dans une solution de baryte titrée. Après avoir laissé déposer le carbonate de baryum, ils titrent des portions de la liqueur surnageante avec l'acide chlorhydrique N/10, en présence de méthylorange.

Dickson (36) utilise un appareillage plus perfectionné comprenant

une colonne pleine de billes de verre dans laquelle la gaz carbonique circule à contre courant avec la solution de baryte. Le titrage de la solution se fait ensuite avec l'acide chlorhydrique N/10 en présence de phénol ou thymolphthaléine. Un mélange d'indicateurs : méthyl-rouge - bleu de méthylène - phénolphthaléine, permet d'obtenir un virage plus net.

S. Lemoyne (37) et L. Beauquesne (38) font barboter le gaz carbonique, après lavage dans une solution de potasse de 1 à 2 N. A la fin de l'opération, on ajoute à cette solution du chlorure de baryum en excès, le carbonate formé est dissous dans l'acide chlorhydrique N/10 ou N, dont on titre le volume inutilisé avec une solution titrée de soude ou de potasse.

Dans ces différentes méthodes, le gaz carbonique dégagé est entraîné par un courant d'air privé de gaz carbonique par passage dans de la chaux sodée et de la potasse. Les auteurs ont observé que le gaz carbonique se dégage rapidement pendant les premières heures de la réaction, puis que son débit se ralentit. D'après Ehrlich et Schubert (28) on obtient 80 % du gaz carbonique au bout de 4 heures, 96 % au bout de 6 heures, 99 % au bout de 8 heures, 99,7 % au bout de 10 heures. Dickson (36) a suggéré que l'intensité du courant d'air décarbonaté pouvait modifier la durée nécessaire de l'opération. Avec son appareil, il achève l'entraînement de la totalité du gaz carbonique en 4 heures. Pour les autres méthodes, la durée de la décarboxylation varie de 6 à 8 heures.

Appareillage et méthode utilisés.

Pour exécuter nos dosages d'acides uroniques de la pulpe ou de ses extraits, nous utilisons un appareillage (voir figure IV) et la technique inspirés de ceux décrits par S. Lemoyne et L. Beauquesne. Les conditions opératoires et la durée nécessaire à la décarboxylation ont été étudiées en détail

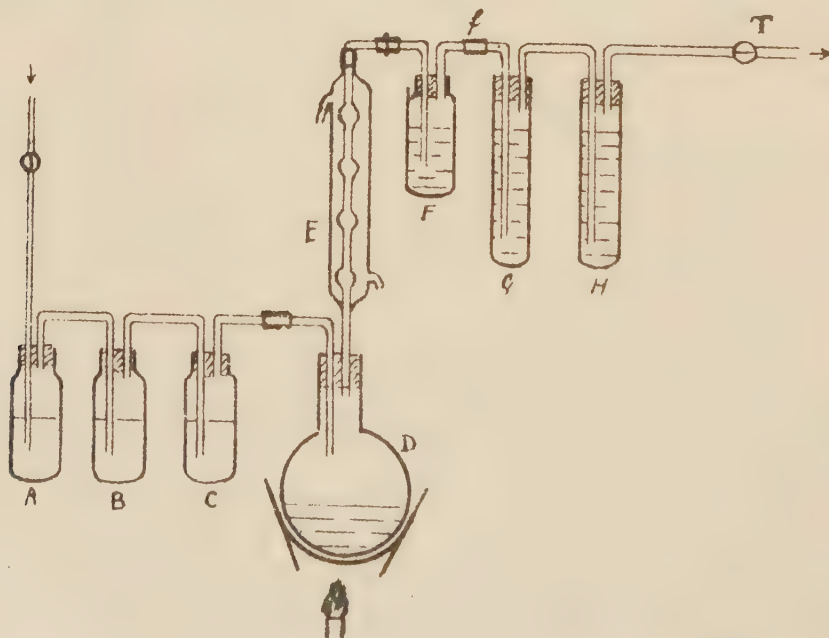


Figure IV Appareil utilisé pour le dosage des acides uroniques par décarboxylation.

par S. Lemoyne (37) qui maintient cette durée à 5 ou 6 heures, L. Beauquesne (38) la porte à 7 ou 8 heures. Nous avons adopté une durée de 7 heures, après avoir contrôlé qu'au bout de ce laps de temps il ne se dégageait pratiquement plus de gaz carbonique.

Appareillage : trois flacons absorbeurs - A et B contiennent de la chaux sodée, C de la potasse à 50 %. D est un ballon Pyrex de 500 cc de capacité, E un réfrigérant ascendant, F un flacon barboteur à eau distillée, f un joint de caoutchouc, G et H deux gros tubes à essais, T conduit à une trompe à vide.

Technique : on place dans D 5 grammes de pulpe séchée et déshuilée, finement broyée, avec 100 cc d'acide chlorhydrique à 18 %, et on introduit dans les tubes G et H une solution de potasse comprise entre 1 et 2 N. Après avoir défait le joint f, on porte le contenu du ballon à l'ébullition pendant 2 minutes pour purger l'appareil, puis on réunit à nouveau les tubes G et H au flacon F, en aspirant avec la trompe. On maintient l'ébullition pendant 7 heures en réglant l'aspiration d'air, de manière à ce qu'il passe 40 bulles environ par minute dans les flacons barboteurs. Le dégagement achevé, on transvase rapidement le contenu des tubes G et H dans un erlenmeyer, en les rinçant avec de l'eau distillée bouillie. On ajoute à la solution un excès de chlorure de baryum à 10 %. On filtre sur creuset filtrant, en lavant abondamment avec de l'eau chaude, et on dissout le précipité de carbonate de baryum dans 25 cc d'acide chlorhydrique N. On revient à la neutralité avec la potasse N, à chaud, en présence de phénoltaléine.

1 cc de Cl H N = 0 gramme 022 de CO².

Comme on ne connaît pas la nature des acides uroniques décomposés, on exprime le résultat en anhydride d'acide uronique :

% CO² x 4

100 gr. de matière sèche
et déshuilée

% anhydride d'acide uronique

Pulpe	5,8
Extrait par l'eau	18,5
Fibres résiduelles du procédé de malaxage-lavage	2,4

Dosage de l'azote.

Nous utilisons la méthode titrimétrique de Kjeldahl, après transformation de l'azote organique en ammoniacque. L'appareillage et les techniques employés à l'échelle de microméthode sont ceux décrits par G. Grabar (39). L'attaque se fait dans des ballons Kjeldahl de 100 cc, sur des prises de matière ne dépassant pas 0 gramme 500, par 2 à 4 cc d'acide sulfurique concentré, en présence du catalyseur de Dumazet et Marcellet (sulfate de potassium et selenite de mercure). La distillation de l'ammoniacque se fait par entraînement à la vapeur. Le distillat est reçu dans un petit erlenmeyer contenant 5 cc d'eau et 5 cc d'une solution saturée d'acide borique pur, additionnée d'un indicateur coloré mixte : rouge de méthyle et bleu de méthylène. L'acide borique

étant sans effet sur cet indicateur, on titre directement l'ammoniaque avec une solution d'acide chlorhydrique N/70, jusqu'au virage intermédiaire de l'indicateur, indiqué auparavant par une distillation "à blanc".* Cette technique permet de doser à 2 y d'azote près.

1 cc de la solution de ClH N/70 correspond à 0,2 mgr. d'azote.

<u>100 gr. de matière sèche</u> <u>et déshuilée</u>	<u>% d'azote total</u>
Pulpe	1,56
Extrait par l'eau	1,72
Fibres résiduelles du procédé de malaxage-lavage	0,42

3) Constituants minéraux de la pulpe.

Cendres et silice brute

La pulpe séchée et déshuilée est finement broyée, puis calcinée avec précaution au bain de sable, puis au four. On obtient le poids de cendres.

Les cendres sont reprises avec l'acide chlorhydrique concentré pour insolubiliser la silice. On évapore au bain de sable. Le résidu est dissous par de l'acide chlorhydrique au 1/10. On entraîne le tout sur un filtre sans cendres en lavant avec de l'eau bouillante. Par calcination du filtre, on obtient le poids de silice brute.

Calcium et magnésium

Ces deux éléments sont dosés par une méthode de spectrophotométrie de flamme, inspirée de la "triple analyse" de Lundegardh (40) et particulièrement étudiée pour le dosage du calcium et du magnésium par Brown, Lilleland et Jackson (41) en utilisant un spectrophotomètre de flamme Beckman mis au point par M. Servant et J. Bessuand (42).

Le filtrat obtenu après l'insolubilisation de la silice est complété à 50 cc. Le dosage de chaque élément se fait sur des prélèvements de cette solution passés au Beckman, par comparaison avec des solutions standard de l'élément à doser. La mesure de l'intensité de l'émission se fait sur 554 m μ pour le calcium, et sur 285 m μ pour le magnésium. Nous exprimons les résultats en Ca O et Mg O.

en % de la pulpe séchée et déshuilée :

Cendres	=	7
Silice brute	=	4,3
Ca O	=	0,8
Mg O	=	0,35

TABEAU RECAPITULATIF DES ANALYSES

I) Pulpe :

Huile : 50 %
Eau : 30 %
Fibres et débris
cellulaires : 20 %

II) Fibres et débris cellulaires :

Fibres : 70 %
Débris cellulaires : 30 %

III) Constituants généraux de la pulpe séchée et déshuilée :

Extrait par l'eau : 20 %
Substances facilement hydrolysables : 38 %
Cellulose : 22 %
Lignine : 16 %
Cendres : 7 %

IV) Constituants organiques
(en % de la pulpe séchée et
déshuilée)

Glucose 1,2
Tanins 2,0
Azote 1,56
Pentosanes 14,6
Méthylpentosanes 7,0
Pectine libre
(indice de pectate
de Ca) 4,0
Pectine combinée
(indice de pectate
de Ca) 1,7
Acide pectique
libre et combiné
(indice de pectate
de Ca) 0,92
Acides uroniques totaux
(décarboxylation) 5,8

V) Constituants minéraux
(en % de la pulpe séchée et
déshuilée)

Silice 4,3
Ca O 0,8
Mg O 0,35

VI) Extrait par l'eau, séché

Pentosanes totales 24,3
Acides uroniques 18,5

Azote total 1,72

VII) Fibres résiduelles séchées et
déshuilées

Pentosanes totales 28,0
Acides uroniques 2,4

Azote total 0,42

IV - R E S U L T A T S

Au cours de la première partie de notre travail, nous avons pu faire les observations suivantes :

- 1) L'huile ne se trouve pas sous la forme d'une émulsion dans la cellule oléique, mais paraît former une flaque continue d'où l'eau ne peut être décelée.
- 2) L'évolution des teneurs en huile, en eau, en pectine libre dans la pulpe des fruits au cours de la maturation est significative de cette maturation.
- 3) La stérilisation des fruits diminue considérablement la résistance de leur pulpe à l'écrasement, mais jusqu'à un point limite. L'augmentation de la température de stérilisation permet d'atteindre plus rapidement ce point. Mais une dessiccation appréciable de la pulpe de fruits stérilisés a pour conséquence d'augmenter pour autant la résistance de celle-ci à l'écrasement.
- 4) Des composés pectiques jouent un rôle de structure dans l'ensemble des cellules. Il y a des glucides facilement hydrolysables mêlées avec la cellulose pour former les membranes glucidiques.
- 5) Il n'y a pratiquement pas de matières azotées solubles dans l'eau froide ou chaude, dans la pulpe.
- 6) Le ciment intercellulaire est de nature pectique; on identifie des acides uroniques. Dans le fruit mûr, ce ciment est soluble dans l'eau chaude, provoquant la dispersion des cellules, et leur isolement dans l'eau. Les cellules entourant les fibres y sont attachées par ce même ciment pectique. Le ciment intercellulaire peut être rendu plus soluble, ou totalement insoluble par l'action des substances mêmes qui provoquent habituellement ces phénomènes sur les matières pectiques.
- 7) La stérilisation des fruits n'augmente le taux de réducteur de la pulpe que de 0,1 à 0,2 % (enprimé en glucose).

Ces quelques observations vont nous permettre de déterminer quelques facteurs conditionnant l'extraction de l'huile, et d'en isoler les plus importants, au cours de la deuxième partie de notre travail.

Deuxième partie

ETUDE TECHNOLOGIQUE DE L'EXTRACTION DE L'HUILE DE PALME

- I - Description et détermination des pertes des procédés d'extraction utilisés couramment aux stades artisanal et semi-industriel.
- II - Modification de l'extraction par action sur les matières pectiques de la pulpe.
- III - Essais de traitement des fruits de palme par des procédés basés sur l'emploi de facteurs physico-chimiques.
- IV - Etude de l'amélioration de l'extraction de l'huile de palme.
- V - Conclusions.

I - DESCRIPTION ET DETERMINATION DES PERTES DES PROCÉDÉS D'EXTRACTION UTILISÉS COURAMMENT AUX STADES ARTISANAL ET SEMI-INDUSTRIEL

Remarques préliminaires.

Nous avons examiné particulièrement les trois types de procédés d'extraction répandus en Afrique sous la forme de petites installations :

- 1) le procédé indigène
- 2) le procédé de malaxage lavage
- 3) le procédé par pression.

Nous avons calculé les rendements et la proportion des pertes dans ces procédés, en nous attachant à bien localiser et chiffrer ces dernières.

Généralement le rendement de ces procédés est établi d'une manière peu précise. En effet, bien souvent l'analyse des fruits, et de par là le calcul de la quantité d'huile qu'ils renferment, n'est pas effectuée. On se contente de rapporter le poids d'huile obtenue (cette huile est elle-même plus ou moins pure) au poids des régimes ou des fruits traités. Or le pourcentage de pulpe, la teneur en huile, sont sujets à d'importantes variations en Afrique. D'autre part cette estimation rudimentaire ne permet pas de se rendre compte de l'origine des pertes et de les chiffrer séparément.

Parfois on complète le calcul du rendement du poids d'huile sur poids des fruits par le dosage de la teneur en huile des fibres résiduelles. Etant donné que des pertes importantes sont dues aux "boues", ce dosage fausse l'estimation de la perte d'huile, si l'on considère que l'huile perdue se trouve en totalité dans les fibres résiduelles. Cette dernière remarque est particulièrement significative pour le cas du procédé de malaxage-lavage, et a été déjà faite par Ch. Vanneck. En effet dans le procédé de malaxage-lavage on peut obtenir, par un lavage poussé, des fibres résiduelles plus déshuilées que celles du procédé d'extraction par pression, tout en ayant en fin de compte qu'un rendement inférieur à ce dernier procédé. Nous verrons plus loin que la perte d'huile la plus importante du procédé de malaxage-lavage se trouve localisée dans les boues et dans l'émulsion formée au cours du lavage avec l'eau.

Dans des installations plus perfectionnées, on contrôle le rendement de l'appareillage d'extraction en dosant simultanément la teneur en huile de fibres résiduelles et la teneur en huile des boues. Mais ce dernier dosage est plus délicat que l'on ne le croit habituellement. On se contente généralement de mesurer le volume total du liquide provenant de l'extraction après en avoir séparé l'huile surnageante, et d'en prélever une petite portion que l'on agite plusieurs fois avec un solvant. Après la séparation du solvant, on l'évapore et on pèse le résidu de matière grasse. Par calcul, on rapporte de poids d'huile au volume total du liquide. Après examen et utilisation de cette méthode, nous pouvons formuler les critiques suivantes :

- 1) L'homogénéité des particules des boues est très difficile à réaliser dans le liquide aqueux où elles flottent irrégulièrement, malgré une agitation prolongée. L'échantillonnage ne représente donc pas exactement le liquide total.
- 2) Le lavage du liquide aqueux avec des portions de solvant ne permet pas d'épuiser toute l'huile contenue dans ce liquide. L'émulsion très fine causée par le travail mécanique de l'extraction subsiste encore en grande partie malgré ce lavage par le solvant.
- 3) La partie des boues composée de cellules oléiques détachées, mais intactes, qui flottent dans le liquide aqueux, conservent encore de l'huile après le lavage effectué avec le solvant.
- 4) En réalité, seule la fraction de l'huile existant dans les boues sous forme de petites gouttes et de flaques mêlées aux débris, et des plus gros globules de l'émulsion, est déterminée par ce dosage.

Ainsi le dosage de l'huile perdue dans les boues par lavage d'un échantillon du jus résiduel de l'extraction avec du solvant, conduit à sous-estimer la perte d'huile causée par les boues.

Lors de notre étude, nous avons chiffré les pertes et les rendements des procédés d'extraction en prélevant tout d'abord un échantillon des fruits pour les analyser, puis en séparant dans le liquide total de l'extraction les boues de la partie aqueuse. Après dessiccation de ces boues, nous les avons réduites en poudre pour en doser l'huile dans un extracteur Soxhlet. Les fibres ont été séparées des noix, séchées et pesées, et l'huile qu'elles retenaient a été dosée également à l'aide d'un Soxhlet sur un échantillon moyen. Les noix ont été essorées, puis une partie en a été lavée superficiellement avec du solvant pour déterminer la quantité d'huile retenue à leur surface. En outre, nous avons contrôlé l'évolution de l'acidité de l'huile au cours des opérations de l'extraction par un dosage des acides gras libres de l'huile contenue dans les fruits frais, puis par un dosage semblable, mais pratiqué sur un échantillon prélevé sur l'huile extraite.

Nous avons aussi déterminé le taux des impuretés : eau et débris solides des huiles extraites, après les traitements de décantation employés dans les procédés étudiés (décantation discontinue habituellement).

Méthodes employées pour déterminer les rendements et les pertes.

a) Analyse physique des fruits.

On mélange bien le tas des fruits à traiter; on prélève au hasard dans la masse 1000 fruits pour déterminer le poids moyen du fruit. On prend ensuite 3 fois 40 fruits, de manière à ce que 40 fruits pèsent 40 fois le poids moyen du fruit. Chaque échantillon est dépulvé rapidement au couteau, et les noix sont pesées sans attendre. Le % de pulpe est donné par :

$$\frac{\text{le poids de pulpe des 40 fruits} \times 100}{\text{le poids total des 40 fruits}}$$

Teneur en eau :

On prélève sur chaque échantillon 20 grammes de pulpe bien broyée que l'on place à l'étuve à 95° jusqu'à poids constant.

La perte de poids multipliée par 5 donne le % d'eau de la pulpe.

Teneur en huile :

Chaque échantillon séché est ensuite placé dans un extracteur Soxhlet pendant 8 heures. Après évaporation du solvant, on pèse le résidu de matières grasses. Le pourcentage d'huile de la pulpe fraîche est donné par le poids du résidu gras multiplié par 5.

b) Dosage des boues.

Le jus total de l'extraction, après décantation de l'huile, est filtré à travers des toiles; cette opération est laborieuse. On recueille ainsi les boues humides, qui forment un amas très gonflé. Après les avoir pesées, on les dessèche par cuisson, suivi d'un passage à l'étuve. Par broyage au mortier, on obtient une poudre très fine dans laquelle on prélève 50 gr. que l'on extrait dans un Soxhlet. On obtient ainsi la proportion d'huile retenue réellement par les boues.

c) Dosage de l'huile retenue par les fibres.

On sépare à la main les noix des fibres résiduelles, celles-ci sont placées à l'étuve jusqu'à poids constant; on prélève un échantillon moyen que l'on extrait au Soxhlet suivant la manière habituelle.

d) Dosage de l'huile retenue sur les noix.

On pèse le poids total des noix après les avoir essorées. On en prélève 1 Kg que l'on place dans un entonnoir. On verse dessus des portions de tétrachlorure de carbone jusqu'à ce que ce solvant s'écoule incolore. Par évaporation du solvant, on obtient la proportion d'huile retenue à la surface des noix.

e) Dosage de l'acidité de l'huile des fruits, et de l'huile extraite.

On prélève 40 fruits environ que l'on plonge immédiatement dans l'eau bouillante. Après 30 minutes de ce traitement, on les essuie puis on en sépare la pulpe que l'on broie et que l'on presse rapidement. On filtre le jus sur une toile fine, on décante l'huile, on la lave à l'eau, on la dessèche par cuisson, et on en pèse 5 gr pour le dosage.

Teneur en acides gras libres : Méthode officielle.

On prépare un mélange de 30 cc d'alcool et de 20 cc d'éther que l'on neutralise exactement avec de la soude diluée. On verse ce mélange sur les 5 gr d'huile, et on titre avec de la soude N/10 en présence de phénol phtaléine. On exprime en % d'acide palmitique =

$$\frac{n \text{ cc soude N/10} \times 0,0256 \times 100}{5}$$

f) Dosage des impuretés de l'huile extraite

L'eau est déterminée sur une prise de 50 gr d'huile par séchage à l'étuve; les impuretés solides en dissolvant l'échantillon séché, dans du tétrachlorure de carbone, et en filtrant sur un filtre taré que l'on lave à fond avec du solvant et que l'on pèse après séchage.

NOTE SUR LES OPERATIONS D'EXTRACTION ETUDIEES

Nous nous sommes attaché à étudier séparément, sous l'angle du rendement et des pertes, trois types de procédés d'extraction employés en Afrique - mais seulement à l'échelle artisanale et semi-industrielle. Les trois exemples décrits ici correspondent à une moyenne établie sur une série de 10 opérations pour chaque type de procédé, et représentent, à peu de chose près, les résultats que nous avons trouvés couramment dans la pratique à l'huilerie de la station de Pobé.

1) PROCEDE D'EXTRACTION INDIGENE, dit "SOFT OIL"

Etude d'une opération complète.

Aussitôt cueillis, les régimes sont coupés à la hachette pour en détacher les épillets. Les fruits sont séparés à la main pour éviter de les blesser. On en pèse un lot de 200 Kg que l'on soumet à une ébullition d'une durée de 2 heures. Les fruits cuits sont retirés de l'eau et versés dans une large fosse d'argile durcie au fond empierré. Ils sont foulés aux pieds par deux hommes, ce travail particulièrement pénible dure 1 heure 40. On verse dans la fosse 500 litres d'eau froide, et une femme spécialiste de ce genre de travail lave la masse pulpeuse à la main, recueille à part les noix et les fibres, et décante l'huile qui surnage avec unealebasse. Ce lavage dure 1 heure 45. L'huile brute est chauffée avec de l'eau, on sépare à nouveau l'huile, qui est alors utilisée telle quelle pour l'alimentation ou la vente.

Poids d'huile brute obtenue : 22 kg 400

Poids d'huile filtrée et séchée : 21 kg 47 (chiffre utilisé)

Analyse physique des fruits

% de pulpe	= 42
% d'huile sur pulpe fraîche	= 48
% d'eau sur pulpe fraîche	= 31
% d'huile totale sur poids des fruits	= 20,1
% d'acidité de l'huile des fruits frais =	2,4 (exprimé en acide palmitique)

Rendements

- a) en Kg. d'huile par rapport au poids des fruits = 10,7 %
b) en Kg. d'huile par rapport à l'huile de palme totale
contenue dans les fruits = 53,3 %

Qualité de l'huile

Acidité = 3,8 % (exprimé en acide palmitique)

Eau = 3,7 %

Impuretés solides = 0,5 %

Détermination des pertes

a) Dosage de l'huile perdue dans les fibres

Poids total des fibres humides = 15 kg 200

Poids total des fibres sèches = 7 kg 300

% d'huile sur fibres sèches = 38

Poids d'huile perdue dans les
fibres pendant l'opération = 2 kg 77

b) Dosage de l'huile perdue sur les noix

Poids total des noix essorées = 116 kg.

Huile retenue par 1 kg de noix = 5 gr 5

Poids d'huile perdue sur les
noix pendant l'opération = 0 kg 638

c) Dosage de l'huile perdue dans les boues

Poids total des boues humides
filtrées = 92 kg 500

Poids total des boues séchées = 10 kg 500

% d'huile sur boues séchées = 60

Poids d'huile perdue dans les
boues pendant l'opération = 6 kg 300

d) Calcul de l'huile perdue sur les parois de la fosse et dans l'émulsion

On constate qu'une couche appréciable d'huile souille encore les parois de la fosse après l'écumage de l'huile, et le nettoyage de la fosse effectué simplement avec la main. L'eau qui a servi au lavage de la pulpe renferme de l'huile sous forme d'une fine émulsion.

Ces deux causes de perte ont été calculées par différence entre la quantité d'huile recueillie, la quantité d'huile perdue évaluée dans les fibres, sur les noix et dans les boues, et la quantité d'huile de palme totale présente dans les fruits, déterminés par l'analyse de l'échantillon.

Poids d'huile perdue sur les parois de la fosse et dans l'eau de lavage = 9 kg 018.

Bilan de l'extraction (exprimé en % de l'huile de palme totale présente dans les fruits) :

Huile obtenue = 53,3 %

Huile perdue = 46,7 %	Fibres	= 6,9 %
	Noix	= 1,5 %
	Boues	= 15,6 %
	Parois de la fosse et émulsion	= 22,7 %

2) PROCEDE D'EXTRACTION PAR MALAXAGE-LAVAGE

Etude d'une opération complète

L'appareillage utilisé est du type classique construit pour l'extraction par malaxage-arrosage à l'échelle semi-industrielle. Le malaxeur est un cylindre robuste de capacité de 80 Kg de fruits, pourvu d'un double fond perforé et d'un système de chauffage. Il est traversé par un axe central qui supporte 5 pales robustes, et qu'un moteur de 2 chevaux 1/2 entraîne à 60 tours à la minute. Sur la paroi interne du cylindre sont fixées 14 pales. Ce cylindre comporte à sa partie supérieure un tube d'arrosage relié à une chaudière d'eau verticale, calorifugée et chauffée à feu nu. L'arrosage s'effectue par dénivellement, 10 litres par 10 litres d'eau chaude.

Fonctionnement : Après avoir chauffé le malaxeur, on y introduit la charge de fruits préalablement cuits à la vapeur pendant une heure. On commence à malaxer 10 minutes, puis on arrose par intermittence avec l'eau chaude. Dès le début du malaxage à chaud, il coule un peu d'huile presque pure, puis de plus en plus chargée de boues et d'eau. On estime l'opération terminée quand l'eau de lavage s'écoule à peu près propre. L'eau de lavage est soumise à un chauffage prolongé dans un décanteur où, après un repos de quelques heures, on décante l'huile surnageante. On constate que l'eau de lavage contient après cette séparation de l'huile sous trois formes :

- a) en fine émulsion huile/eau
- b) en petites flaques souillant des débris de fibres et de cellules crevées
- c) enfermée dans des cellules oléiques intactes, mais isolées par petits groupes flottant dans l'eau.

Dans l'essai que nous décrivons ici, nous avons fait cuire à la vapeur un poids de 200 kg. de fruits frais et, après les avoir égouttés, nous les avons traités en 3 lots. Les eaux de lavage ont été réunies à la fin de l'opération. Pour chaque lot le malaxage arrosage a eu une durée de 35 minutes. Il a été nécessaire d'utiliser un volume total de 600 litres d'eau pour laver convenablement les fibres et les noix.

Poids d'huile brute obtenue par simple décantation : 32 kg 680

Poids d'huile filtrée et séchée : 31 kg 98 (chiffre utilisé)

Analyse physique des fruits

% de pulpe	= 45
% d'huile sur pulpe fraîche	= 50
% d'eau sur pulpe fraîche	= 29
% d'huile totale sur poids des fruits	= 22,5
% d'acidité de l'huile des fruits frais	= 1,2 (exprimé en acide palmitique)

Rendements

- a) en Kg. d'huile par rapport au poids des fruits = 15,99 %
- b) en Kg. d'huile par rapport à l'huile de palme totale
contenue dans les fruits = 71 %

Qualité de l'huile

Acidité = 2 %
Eau = 1,9 %
Impuretés solides = 0,3 %

Détermination des pertes

a) Dosage de l'huile perdue dans les fibres

Poids total des fibres humides = 16 kg 140
Poids total des fibres sèches = 11 kg
% d'huile sur fibres sèches = 16
Poids d'huile perdue dans les
fibres pendant l'opération = 1 kg 760

b) Dosage de l'huile perdue sur les noix

Poids total des noix essorées = 110 kg
Huile retenue par 1 kg de noix = 4 gr 8
Poids d'huile perdue sur les
noix pendant l'opération = 0 kg 528

c) Dosage de l'huile perdue dans les boues

Poids total des boues humides
filtrées = 91 kg 200
Poids total des boues séchées = 10 kg 800
% d'huile sur boues séchées = 40
Poids d'huile perdue dans les
boues pendant l'opération = 4 kg 320

d) Calcul de l'huile perdue à la décantation et dans l'émulsion

La décantation de l'huile sur l'eau ne peut se faire en totalité : des traces d'huile subsistent sur la surface de l'eau. D'autre part, on constate la présence d'une émulsion huile/eau très stable (formée lors du malaxage-lavage) dans les eaux de lavage.

Ces deux causes de pertes ont été calculées comme dans le procédé indigène, c'est-à-dire par différence entre le rendement, les pertes et l'huile de palme totale présente dans les fruits.

Poids d'huile perdue par la décantation et dans l'eau de lavage sous forme d'émulsion = 5 kg 657

Bilan de l'extraction (exprimé en % de l'huile de palme totale présente dans les fruits)

Huile obtenue = 71 %

Huile perdue = 29 %

Fibres	=	4,03 %
Noix	=	1,17 %
Boues	=	9,6 %
Décantation et émulsion	=	14,2 %

3) PROCEDE D'EXTRACTION PAR PRESSION

Etude d'une opération complète

L'appareillage utilisé est du type classique comprenant une presse hydraulique, précédée d'un malaxeur, dont la double paroi est chauffée par injection de vapeur, et suivie d'un décanteur conique pourvu intérieurement d'un serpentin communiquant avec la chaudière. La cage de presse a une contenance de 40 Kg de fruits malaxés, et la pression exercée est de 72 Kg. par cm^3 . Cette presse est actionnée par une pompe de pression rotative. La contenance totale du malaxeur est de 200 Kg de fruits. La force mécanique demandée par tout l'appareillage était fournie par une machine à vapeur de 8 CV.

Fonctionnement : 200 kg de fruits frais sont cuits à la vapeur pendant 1 heure dans un récipient à part, puis introduits dans le malaxeur chaud. Ce dernier comporte un axe mobile, muni de pales robustes, que l'on entraîne dans une rotation de 40 tours à la minute. Au bout de 10 minutes, par un portillon inférieur on prélève la charge de fruits pour une pressée, que l'on fait tomber dans la cage de presse. Tandis que le malaxage continue, on presse les fruits jusqu'à 72 Kg par cm^2 ; une pression complète durant 6 minutes. Après la décharge de la cage de presse, on poursuit les pressées par lot de 40 Kg de fruits environ. Le jus s'écoulant de la presse est dirigé vers le décanteur. Après avoir ajouté un tiers d'eau au liquide total, on chauffe le mélange pendant deux heures. Après quelques heures de repos, on soutire l'eau et les boues et on recueille l'huile. On remarque que le malaxage seul provoque l'écoulement d'une fraction d'huile représentant environ $\frac{1}{4}$ de l'huile totale. Cette huile coule du malaxeur mélangée avec des boues. Il est nécessaire de la soumettre à l'opération de la décantation. On l'ajoute au jus de pressée.

Poids d'huile brute totale obtenue par décantation : 41 kg 980

Poids d'huile totale filtrée et séchée : 40 kg 970

Analyse physique des fruits :

% de pulpe	= 47
% d'huile sur pulpe fraîche	= 52
% d'eau sur pulpe fraîche	= 28
% d'huile totale sur poids des fruits	= 24,4
% d'acidité de l'huile des fruits frais =	1,5

Rendement

- a) en Kg. d'huile par rapport au poids des fruits = 20,4 %
b) en Kg. d'huile par rapport à l'huile de palme totale
contenue dans les fruits = 83,6 %

Qualité de l'huile décantée

Acidité	= 2,1 %
Eau	= 2,1 %
Impuretés solides =	0,2 %

Détermination des pertes

a) Dosage de l'huile perdue dans les fibres

Poids total des fibres humides	=	21 kg 500
Poids total des fibres sèches	=	15 kg 500
% d'huile sur fibres sèches	=	16
Poids d'huile perdue dans les fibres pendant l'opération	=	2 kg 480

b) Dosage de l'huile perdue sur les noix

Poids total des noix	=	115 kg
Huile retenue par 1 kg de noix	=	6 gr 5
Poids d'huile perdue sur les noix pendant l'opération	=	0 kg 747

c) Dosage de l'huile perdue dans les boues

Poids total des boues humides filtrées	=	5 kg 737
Poids total des boues séchées	=	1 kg 100
% d'huile sur boues séchées	=	58
Poids d'huile perdue dans les boues pendant l'opération	=	0 kg 638

d) Calcul de l'huile perdue à la décantation et dans le jus résiduel de la décantation (émulsion)

Une petite fraction d'huile adhère aux parois du décanteur, mais la perte la plus importante reste celle de l'huile en suspension dans le jus aqueux, et qui se présente comme une émulsion complexe huile / eau. Le calcul de ces pertes est déterminé comme dans les procédés étudiés précédemment, c'est-à-dire par différence.

Poids d'huile perdue par la décantation et dans le jus résiduel de la décantation (émulsion) = 4 kg 05

Bilan de l'extraction (exprimé en % de l'huile de palme totale présente dans les fruits)

Huile obtenue	=	83,6 %	
Huile perdue	=	16,4 %	
			Fibres = 5,08 %
			Noix = 1,52 %
			Boues = 1,3 %
			Décantation et émulsion = 8,5 %

BILAN DES OPERATIONS DES TROIS PROCEDES ETUDIES

	Rendement sur huile totale	Perte sur fibres	Perte sur noix	Perte sur boues	Pertes : émulsion et décantation
1) Procédé indigène "soft oil".....	53,3	6,9	1,5	15,6	22,7
2) Procédé par malaxage-lavage.....	71	4,03	1,17	9,6	14,2
3) Procédé par pression (presse..... hydraulique)	83,6	5,08	1,52	1,3	8,5

CONSIDERATIONS SUR LES CAUSES DES PERTES

1) Le procédé indigène dit "soft oil"

Bien que ce procédé soit en nette amélioration sur les anciens procédés indigènes du point de vue de la qualité de l'huile, son rendement reste très insuffisant et nécessite un travail manuel pénible.

Les fibres ne peuvent être bien déshuilées par lavage à la main dans la même masse d'eau.

Cette agitation, ce pétrissage continu, effectués avec les mains sur la pulpe immergée, provoquent la formation d'une émulsion huile/eau, dont la stabilité est due aux matières colloïdales de la pulpe qui passent en solution dans l'eau (sucres, matières pectiques). Les boues, qui sont abondantes, contiennent de nombreuses cellules oléiques intactes qui se dispersent dans l'eau. L'immersion de la pulpe écrasée dans l'eau, le pétrissage, provoquent la dislocation et la solubilisation du ciment intercellulaire de nature pectique, que nous avons étudié dans la première partie de notre travail (voir page 14) et permettent ainsi la dispersion de cellules oléiques renfermant encore leur huile.

2) Le procédé de malaxage-lavage

Ce procédé permet de dépasser le rendement du procédé indigène, mais surtout réalise une économie de main-d'oeuvre sur ce dernier. Néanmoins, les causes de ses pertes ne paraissent pas pouvoir être éliminées et lui créent une zone limite qu'il ne peut dépasser dans l'extraction. La faute en est au principe même de ce procédé. En effet, le malaxage à chaud ouvre la pulpe et l'écrase, mais cette action se stabilise très vite, car après quelques minutes il se forme une sorte de bouillie, sans grande résistance interne, qui permet aux groupes de cellules de céder et de s'écarter devant les pales mobiles du malaxeur.

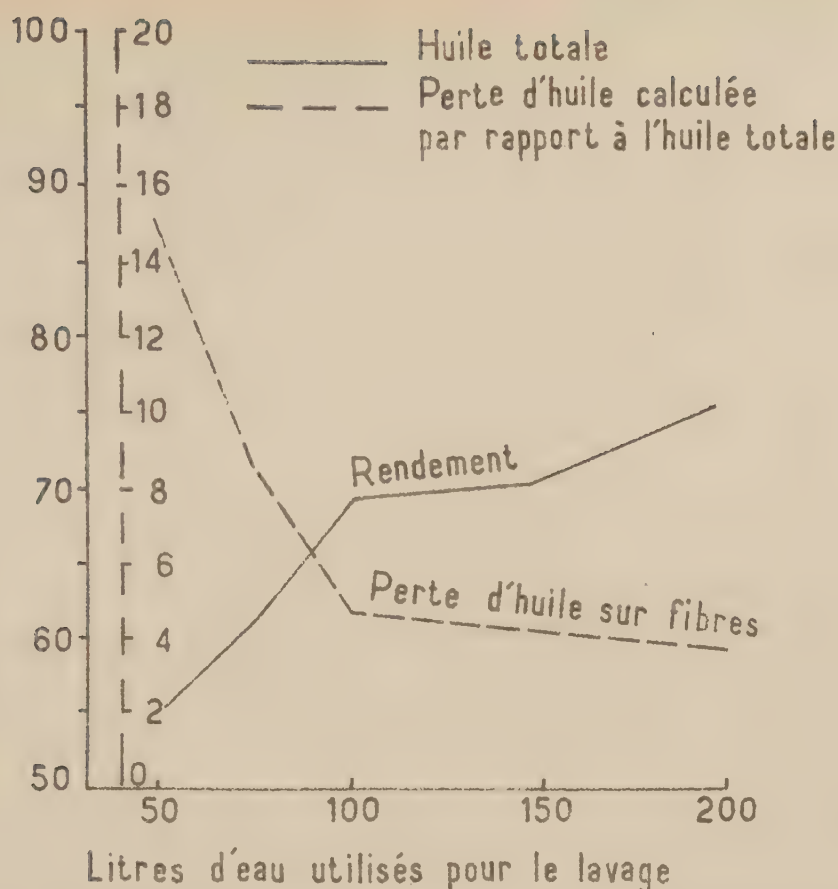


Figure V Procédé d'extraction par malaxage-lavage : influence de la quantité d'eau utilisée pour le lavage sur le rendement final, et sur la perte d'huile par les fibres.

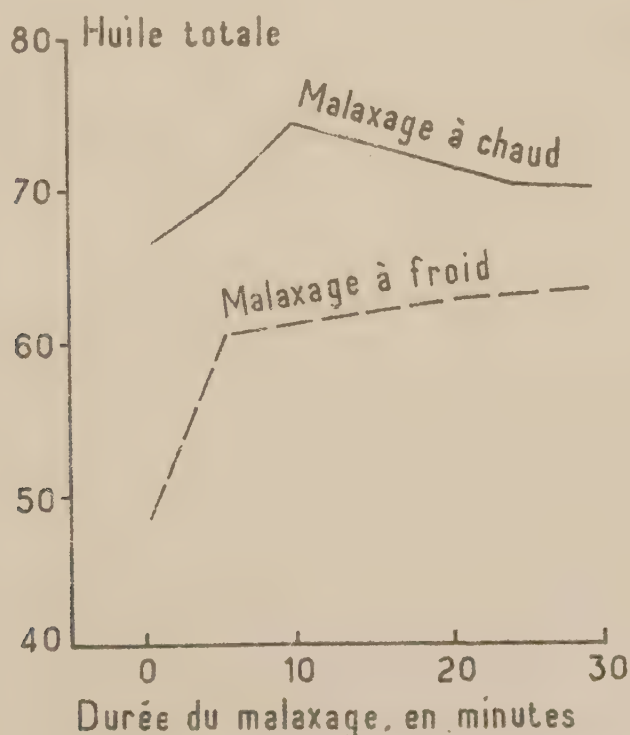


Figure VI Procédé d'extraction par malaxage-lavage : influence de la durée du malaxage préliminaire sur le rendement final.

L'apport d'eau entraîne aussitôt une partie importante de ces cellules et achève leur dispersion par dislocation du ciment intercellulaire pectique. D'autre part, comme le malaxage est énergique et se fait en présence d'eau, une partie de l'huile libérée est émulsionnée avec cette eau. Cette émulsion est remarquablement stable et résiste à l'ébullition du liquide. Il y a donc là deux causes de pertes : dispersion de cellules oléiques intactes dans les boues, formation d'une émulsion, qui ne paraissent pas pouvoir être efficacement réduites puisqu'elles sont produites par le principe fonctionnel du procédé - écrasement de la pulpe par malaxage mécanique, suivi d'un arrosage d'eau pour entraîner l'huile.

Trois facteurs peuvent néanmoins modifier le rendement du procédé de malaxage-lavage, mais pas suffisamment dans le sens favorable. Ils sont surtout d'application peu pratique :

- 1) La quantité d'eau de lavage : en utilisant des volumes d'eau supérieurs à 4 et plus du poids des fruits, on parvient à déshuiler les fibres résiduelles de manière à atteindre une perte d'huile dans les fibres inférieure à 2 % environ de l'huile de palme totale présente dans les fruits (voir courbe fig. V)
 - 2) La durée totale du malaxage préliminaire : des essais systématiques nous ont montré que la durée du malaxage à chaud, effectué avant l'arrosage, devrait être fixée à 10 minutes (voir courbe fig. VI) dans la pratique. Mais cette durée dépend en réalité du 3ème facteur :
 - 3) La dureté de la pulpe, laquelle est déterminée, pour une même durée de stérilisation, par le taux d'humidité de la pulpe. La solidité du gel pectique est inversement proportionnelle avec la quantité d'eau présente, et l'écrasement des cellules oléiques dans le malaxage préliminaire est accentué par la résistance de la pulpe au malaxage. Comme cette résistance est fonction du mode et de la durée de cuisson des fruits, du degré de maturité de ceux-ci, de la teneur en eau de leur pulpe, il en résulte une grande instabilité dans les rendements et l'impossibilité matérielle de pouvoir obtenir des fruits dont les caractéristiques seraient toutes favorables au procédé de malaxage-lavage.
- 3) Le procédé par pression (presse hydraulique)

Ce procédé qui permet d'atteindre et de dépasser quelquefois 80 % de rendement, nécessite un matériel lourd et coûteux. Grâce à la présence des fibres dans la pulpe, la masse pâteuse à presser ne nécessite pas de scourtin. La pression maximum ne doit pas dépasser en général 80 Kg/cm² pour éviter de faire éclater les noix. La quantité de boues, pouvant s'échapper par les trous de la cage de presse, étant relativement peu importante, la perte d'huile dans les fibres pose un problème fondamental. Mais l'examen microscopique de ces fibres résiduelles de pressée montre que celles-ci sont littéralement imprégnées d'huile. Des observations suivies nous ont parfaitement montré que cette imprégnation se faisait sous l'action de la pression et qu'elle était d'autant plus profonde que cette pression était puissante. Ceci explique l'échec des essais qui furent tentés pour laver les fibres résiduelles de pressée par l'eau bouillante ou des jets de vapeur. On constatait que l'on n'obtenait aucune fraction importante de l'huile cependant présente dans ces fibres. Si les

boues sont peu abondantes, il ne se forme pas moins une émulsion dans le jus d'extraction sous l'action prolongée du malaxage et sous les mouvements divers de la pressée. Elle est évidemment moins importante que dans les deux procédés précédemment évoqués.

On constate également que certaines cellules oléiques restées dans la masse résiduelle de la pressée contiennent encore de l'huile, mais celle-ci est divisée et mêlée à d'autres substances à l'intérieur même de ces cellules. Cette huile qui semble avoir été fortement agglomérée à d'autres matières pendant la pression, ne peut être récupérée par les moyens ordinaires : lavage ou pression.

II - MODIFICATION DE L'EXTRACTION PAR ACTION SUR LES MATIERES PECTIQUES DE LA PULPE

En vue d'expérimenter dans la pratique nos essais sur le rôle des matières pectiques de la pulpe (page 14) et tenter de démontrer l'importance de leur influence dans l'extraction, nous avons réalisé les opérations suivantes :

1°) Procédé de malaxage-lavage :

Témoin : 50 kg de fruits cuits sont malaxés à chaud pendant 10 minutes en y ajoutant 2 litres d'eau. On procède ensuite aux arrosages avec 150 litres d'eau chaude.

A) 50 kg de fruits cuits sont malaxés à chaud pendant 10 minutes en y ajoutant 2 litres d'eau contenant 1 % d'oxalate d'ammonium. On procède au même lavage que pour le témoin.

B) 50 kg de fruits cuits sont malaxés à chaud pendant 10 minutes en y ajoutant 2 litres d'eau contenant 1 % d'acide chlorhydrique. On procède au lavage.

On obtient (rendement sur huile totale)

Témoin = 72 %

A) = 64 % (sortie abondante des boues dès le début de
B) = 52 % (l'arrosage

Remarque : Un essai avec l'apport d'eau de chaux se révèle comme trop difficile à réaliser. La durée du malaxage-lavage tend à permettre une formation de savon qui, bien que très légère, provoque une mousse et une émulsion dans l'eau de lavage, et gêne fortement la décantation de l'huile.

2°) Procédé par pression.

Témoin : 40 kg de fruits cuits sont malaxés à chaud pendant 10 minutes en y ajoutant 2 litres d'eau, on presse ensuite avec la presse hydraulique.

A) 40 kg de fruits cuits sont malaxés à chaud pendant 10 minutes en y ajoutant 2 litres d'eau contenant 1 % d'oxalate d'ammonium. On presse.

B) 40 kg de fruits cuits sont malaxés à chaud pendant 10 minutes en y ajoutant 2 litres d'eau contenant 1 % d'acide chlorhydrique. On presse.

C) 40 kg de fruits cuits sont malaxés à chaud pendant 10 minutes en y ajoutant 2 litres d'eau contenant 1 % de chaux.

D) 40 kg de fruits cuits sont malaxés à chaud pendant 10 minutes en y ajoutant 2 litres d'eau contenant 1 % de baryte.

On obtient (rendement sur huile totale) :

Témoin = 82,8 %

A) = 78,5 %	(	Boues de pressée plus abondantes que le témoin.
B) = 71,4 %		
C) = 83,8 %	(	Boues de pressée plus réduites que le témoin et A & B.
D) = 83,5 %		

Remarques : Les chiffres que nous venons de citer résultant d'une moyenne de plusieurs dizaines d'essais pour chaque expérience, il semble bien établi que l'on peut modifier l'extraction en apportant dès le début de l'opération une petite quantité de substances qui modifient habituellement la structure des matières pectiques naturelles. Ces essais confirment ceux que nous avons réalisés dans l'étude de la dislocation du ciment intercellulaire (voir page 14) et montrent que le rôle des composés pectiques est fondamental dans le traitement mécanique des fruits qui précède l'opération de l'extraction proprement dite. La dispersion des cellules oléiques sous l'action du malaxage est facilitée par un apport d'oxalate d'ammonium ou d'acide chlorhydrique très dilués, ces corps exerçant une très nette action dissolvante sur les composés pectiques du ciment intercellulaire. On observe alors une formation abondante de boues dès le début de l'extraction.

La résistance du ciment intercellulaire est augmentée par un apport d'eau de chaux ou d'eau de baryte, à cause de la formation de pectates correspondants, insolubles dans l'eau. Il se produit moins de boues et un plus grand nombre de cellules sont écrasées par le malaxage. Du point de vue pratique, le gain de rendement réalisé ne compense pas l'augmentation des difficultés de décantation due à la présence dans le jus d'extraction de traces de savon.

III - ESSAIS DE TRAITEMENT DES FRUITS DE PALME PAR LES PROCÉDÉS BASES SUR L'EMPLOI DE FACTEURS PHYSICO-CHIMIQUES

Avant d'utiliser les observations que nous avons faites sur les procédés d'extraction par malaxage-lavage et par pression, pour tenter de réaliser un procédé plus efficace, nous avons essayé de traiter la pulpe du fruit de palme avec des méthodes connues basées sur l'emploi de facteurs physico-chimiques favorisant l'extraction. Ces méthodes ont été étudiées seulement par l'extraction d'huile de graines, excepté la méthode du procédé Acapulco qui traite la pulpe des olives.

Devant l'insuccès de ces méthodes, nos essais se sont bornés à être

simplement qualitatifs. En effet, la structure prise par la pulpe dès le départ des traitements exécutés suivant les données de ces méthodes, compromet pour chaque cas la suite des opérations et interdit souvent leur développement. Nous avons essayé deux types de méthodes :

1°) le procédé SKIPINE

2°) le procédé par pétrissage et le procédé ACAPULCO

1°) PROCEDE SKIPINE

Ce procédé, qui serait appliqué avec succès en Russie, ne paraît être connu en France que par la traduction de publications russes (43). Il consisterait à traiter des graisses broyées par une certaine quantité d'eau, à une température inférieure à 100 degrés C. Généralement cette température ne doit pas dépasser 60 degrés C. Un agitateur brasse lentement la masse et on assisterait à un écoulement d'huile atteignant 60 % de l'huile totale.

D'après les études d'un autre auteur russe, GOLDOWSKI, la libération de l'huile des particules de graines serait due à un phénomène de mouillabilité sélective dans le procédé SKIPINE. Pour que la mouillabilité préférentielle des particules de graines pour l'eau puisse s'exercer, il faut :

1°) Ne pas dépasser une teneur en eau déterminée par la structure à donner à la masse. Cette structure ne doit pas être pâteuse pour permettre l'écoulement d'huile. Cette quantité d'eau ajoutée aux graines doit, d'autre part, pouvoir saturer toutes les particules hydrophiles. Elle est déterminée expérimentalement par ces auteurs .

Un excès d'eau ou un manque d'eau contrarierait, et même empêcherait, l'écoulement d'huile.

2°) L'action de la température serait moins évidente, mais les auteurs précisent qu'il est indispensable que l'eau de la matière à traiter ne s'évapore pas. On observerait une réabsorption d'huile par les particules de graines au-dessus de 60 degrés C. Après l'écoulement d'huile, les graines sont séchées à nouveau, puis passées aux presses, pour récupérer l'huile résiduelle.

L'appareil utilisé par GOLDOWSKI pour ses expériences sur le procédé SKIPINE, consiste en un cylindre en fer, chauffé électriquement, et dont le fond est garni de deux tamis superposés.

Le cylindre est traversé par un axe vertical muni de deux pales opposés qui tourne à 45 tours par minute.

Pour pouvoir essayer le procédé sur le fruit de palme, nous avons installé un cylindre métallique dans une étuve à gaz ordinaire. Ce cylindre comporte un double fond muni d'un tamis surmontant une capsule de porcelaine destinée à recueillir l'huile. Un axe muni de deux pales traverse le cylindre et sort par le haut de l'étuve d'où on peut l'entraîner par une manivelle. Un vaporisateur est fixé à l'entrée du cylindre pour permettre de disperser intimement dans la masse à traiter des volumes d'eau variables.

Détail des opérations : Les fruits sont d'abord triturés dans un malaxeur pour broyer leur pulpe et permettre la séparation des noix. Cette pulpe est ensuite disposée dans une étuve jusqu'à ce que son taux d'humidité soit inférieur à 10 %. On introduit alors 2 kg de cette pulpe dans le cylindre, on met en route l'agitateur et on vaporise la quantité d'eau nécessaire pour communiquer à la pulpe une teneur en eau de 10 %. La température de l'étuve est maintenue à 40° C.

On ne constate aucun écoulement d'huile si ce n'est quelques boues huileuses arrachées par les pales tournantes.

On refait l'opération avec un nouvel apport de pulpe, mais à une température de 50°, puis de 60°, puis de 70°, sans résultat.

On recommence alors tous ces essais, mais en communiquant à la pulpe une teneur en eau de 15 % puis de 20 %, de 28 %, de 30 %, de 40 % et de 50 %. On constate qu'à un taux d'humidité de plus de 30 %, il s'écoule des boues huileuses, mais on ne peut pas observer l'écoulement d'huile pure de 50 % décrit par les auteurs russes.

Il convient de signaler en premier lieu que la structure intime de la pulpe est pâteuse et que l'on ne peut obtenir à aucun stade de dessiccation et de broyage ces "particules" désignées par les auteurs. En deuxième lieu, la présence des fibres dans la masse à traiter transforme le brassage de la matière en un véritable malaxage, car les fibres entraînées par les pales provoquent le déplacement de toute la masse.

2°) Le procédé par pétrissage et le procédé ACAPULCO

a) par pétrissage : Ce procédé est étudié par GOLDOWSKI (43) et fait également l'objet d'un brevet américain analogue (44).

Il est caractérisé par le fait que l'extraction se fait à la température ordinaire. Il consiste à incorporer aux graines broyées une certaine quantité d'eau, tout en brassant intimement la matière. C'est l'eau également qui déplacerait l'huile par son affinité pour les substances hydrophiles. Il y a donc une teneur en eau bien déterminée à respecter pour obtenir un bon écoulement d'huile.

Nous avons effectué quelques expériences en utilisant l'appareil précédemment décrit lors des essais sur le procédé SKIPINE. On ajoute des pales supplémentaires à l'axe central et on réduit sa vitesse de rotation à 28 tours/minute, suivant les indications de GOLDOWSKI. On n'obtient aucun écoulement d'huile important.

b) Procédé Acapulco. - C'est un procédé par pétrissage employé pour extraire l'huile de la pulpe broyée des olives. Il consiste à malaxer les pulpes d'olives, après élimination des noyaux, dans un long appareil demi-cylindrique, pourvu à sa partie inférieure d'une fine toile de nickel. Le malaxage est assuré par un axe central muni de palettes terminées par une lame de caoutchouc. Sous l'influence de ce malaxage l'huile s'écoule progressivement par la toile métallique, pure au début, puis peu à peu chargée de boues. On ajoute de l'eau

à la fin de l'opération, qui dure plusieurs heures, pour épuiser complètement les pulpes. Pour essayer de transposer le procédé ACAFULCO aux fruits de palme, nous avons utilisé un cylindre allongé, traversé par un axe muni de nombreuses pales, et dont la partie inférieure est fermée simplement par une toile de cuivre très fine, renforcée par une armature. On introduit 2 kg de pulpe broyée dans ce cylindre, on transmet à l'axe central une rotation de 5 tours/minutes.

On n'aboutit également ici qu'à réaliser un simple malaxage à froid, avec une production de "boues" huileuses, mais sans écoulement important d'huile. L'apport d'eau final produit aussitôt une véritable bouillie qui s'écoule en entraînant de nombreuses cellules oléiques intactes.

IV - ETUDE DE L'AMELIORATION DE L'EXTRACTION DE L'HUILE DE PALME

La détermination de l'origine des pertes dans les procédés d'extraction ordinaires montre que ces pertes sont en relation avec les observations et les expériences relatives à la structure de la pulpe et à la nature pectique du ciment intercellulaire, réalisées dans la première partie de notre travail. En pratique, c'est le malaxage à chaud des fruits qui, par sa durée et son intensité, provoque une dislocation poussée du ciment intercellulaire, et est cause ainsi de la dispersion de nombreuses cellules oléiques intactes que l'on retrouve dans les boues. Ce malaxage a l'inconvénient également de transformer la matière en une masse pâteuse, dépourvue d'interstices, ce qui rend sa pression particulièrement difficile, et d'autre part de provoquer la formation d'une émulsion entre l'huile déjà libérée et l'eau de végétation ou d'apport. Mais il est évident qu'un malaxage énergique est nécessaire dans les procédés ordinaires pour briser le plus de cellules oléiques possible avant l'extraction proprement dite.

Pour réaliser une extraction plus rationnelle, il faudrait que la préparation des fruits avant l'extraction soit la plus légère possible de façon à ne pas provoquer de dislocation général du ciment intercellulaire et à ne pas permettre la formation de boues. Il serait nécessaire ensuite d'extraire la plus grande partie de l'huile en évitant toujours la dispersion de cellules oléiques, ce qui peut se faire seulement en l'absence de mouvement ou de force mécanique violents.

Ces conditions ont pu être réalisées par l'emploi de la vapeur saturée précédée d'une préparation particulière des fruits.

1) Ecoulement spontané d'huile de la pulpe sous l'action de la vapeur saturée.

L'utilisation des procédés Skipine, Goldowski et des procédés par pétrissage n'ayant donné aucun résultat dans le traitement de la pulpe des fruits de palme, nous avons étudié et mis au point un procédé permettant de provoquer l'écoulement spontané d'une fraction importante d'huile. Bien que faisant appel à l'humidité et à la chaleur, ce procédé offre des différences importantes avec les procédés désignés plus haut, différences que nous mettrons en relief dans les pages suivantes.

Le principe de ce procédé peut être résumé ainsi : en traitant une masse de fruits aux pulpes préalablement dilacérées dans des conditions déterminées, par la vapeur saturée, au-dessus de 100 degrés, en vases clos, et à l'exclusion de tout mouvement ou pression mécanique, on obtient un écoulement spontané d'huile, qui atteint de 50 à 60 % de l'huile totale après 40 à 60 minutes de traitement.

Conditions premières de l'écoulement spontané

Les quatre expériences suivantes permettent d'isoler les facteurs extérieurs responsables de l'écoulement spontané d'huile.

A) Nous plaçons de la pulpe grossièrement broyée sur une grille recouvrant une capsule, et nous l'introduisons dans un autoclave à basse pression. Il s'écoule spontanément une fraction importante d'huile dès que l'on atteint dans l'autoclave quelques grammes/cm² de pression, c'est-à-dire lorsque l'on dépasse 101° de température de vapeur. Cet écoulement atteint son maximum à 105 degrés de température de vapeur, et s'effectue de même à des températures de vapeur supérieures, allant jusqu'à 134° (2 kg/cm² de pression). L'autoclave dont nous disposons ne nous a pas permis d'essayer des pressions et des températures dépassant 2 kg/cm² et 134 degrés.

B) La grille reçoit un nouvel apport de pulpe grossièrement broyée, et nous plaçons l'ensemble dans une étuve ordinaire, non hermétique. Il ne se produit aucun écoulement d'huile, ni en-dessous de 100°, ni au-dessus.

C) Nous replaçons dans la même étuve la capsule avec sa grille qui reçoit un nouvel apport de pulpe grossièrement broyée. Nous disposons sur le plateau inférieur de l'étuve des morceaux de coton bien imbibés d'eau. Dès que l'on atteint une température de 95°, on peut voir quelques gouttes d'huile suinter. En portant la température légèrement au-dessus de 100 degrés, l'écoulement d'huile a lieu, quoique moins important que dans l'expérience A. Il est nécessaire pour maintenir cet écoulement de renouveler l'humidité des morceaux de coton aussitôt que ceux-ci deviennent secs.

D) Un nouvel apport de pulpe grossièrement broyée est introduite dans un gros tube de métal, fermé par le bas avec un grillage, et par le haut avec un couvercle vissé, traversé par un petit tube. Nous faisons entrer de la vapeur sous pression par ce tube, de manière à ce qu'elle traverse la pulpe pour s'échapper par la grille. Bien que le courant de vapeur entraîne quelques gouttes d'huile, l'écoulement d'huile n'a pas lieu, malgré l'essai des pressions et des températures de vapeur permises par notre autoclave, qui nous sert ici de source extérieure de vapeur.

Les facteurs extérieurs responsables de l'écoulement spontané d'huile de la pulpe sont donc : une humidité ambiante, accompagnée d'une température supérieure à 100 degrés.

La vapeur saturée reste donc l'agent le plus commode et le plus efficace pour réaliser simultanément ces deux facteurs : humidité et température, qui, nous le rappelons, peuvent être appliqués dans des conditions très larges pour obtenir l'écoulement d'huile.



Figure 4. — “Boues” résiduelles du procédé d'extraction par malaxage-lavage.



Figure 5. — Cellule oléique provenant du “gâteau” résiduel du procédé d'extraction par presse hydraulique.

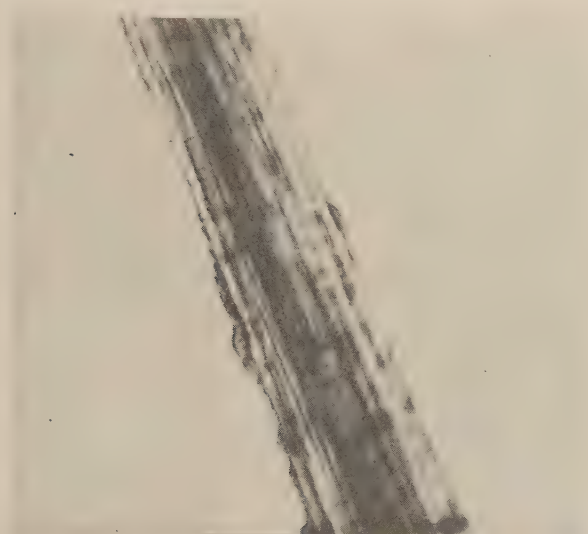


Figure 6. — Fibre résiduelle après la pressée (presse hydraulique) colorée par le rouge Soudan (parties sombres).

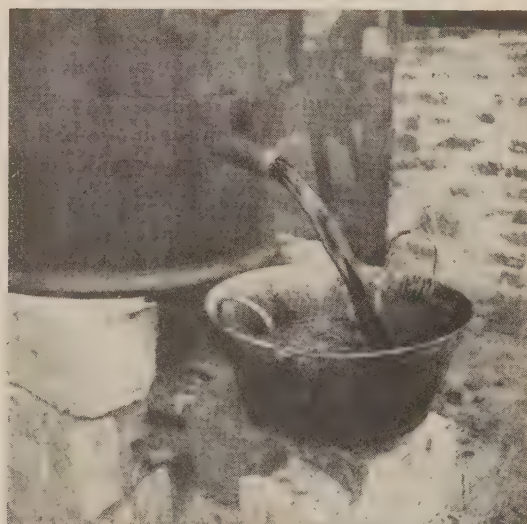


Figure 7. — Prélèvement de l'huile écoulée spontanément après le traitement de 50 kgs de fruits par la vapeur saturée.

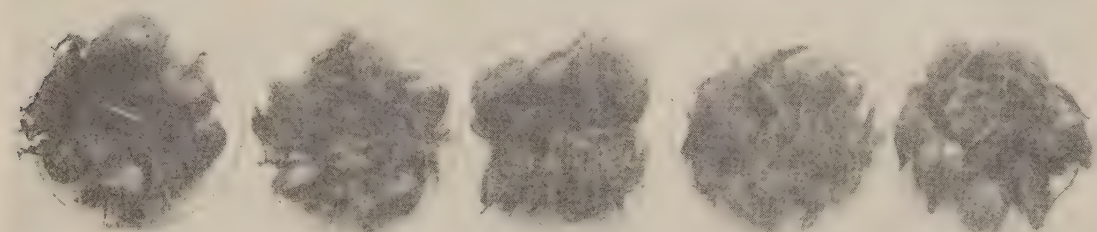


Figure 8. — Échantillons de fruits stérilisés dilatérés à froid. De gauche à droite: pendant 30 minutes, 20 minutes, 15 minutes, 10 minutes, 5 minutes.

2) Détermination des facteurs physiques conditionnant l'écoulement spontané d'huile.

On dispose du matériel suivant :

A) Dilacérateur : cylindre horizontal, traversé par un axe sur lequel sont fixées des lames. D'autres lames sont montées sur la paroi interne du cylindre. La pulpe des fruits est dilacérée par rotation des lames de l'axe mobile. Le cylindre est entouré d'une double paroi que l'on peut chauffer par injection de vapeur, si nécessaire.

B) Extracteur : autoclave pourvu intérieurement d'une nacelle de capacité de 10 kg. de fruits. Le fond perforé de la nacelle aboutit à un récipient collecteur d'huile.

Influence de l'intensité de la dilacération des fruits

Pour chaque essai, 10 kg. de fruits sont dilacérés dans le dilacérateur horizontal, dont on actionne l'axe mobile à raison de 60 tours/minutes. Les fruits aux pulpes ouvertes sont placés dans la nacelle de l'autoclave, et subissent un traitement d'une durée de 60 minutes, à une pression de vapeur de 1 atmosphère 232. L'huile est recueillie, déshydratée et pesée.

Dans cette série d'expériences, on fait varier la durée de la dilacération, que l'on effectue d'abord à froid, sur des fruits préalablement cuits à la vapeur et refroidis, puis sur des fruits encore chauds, en portant la température du dilacérateur à 90 degrés C.

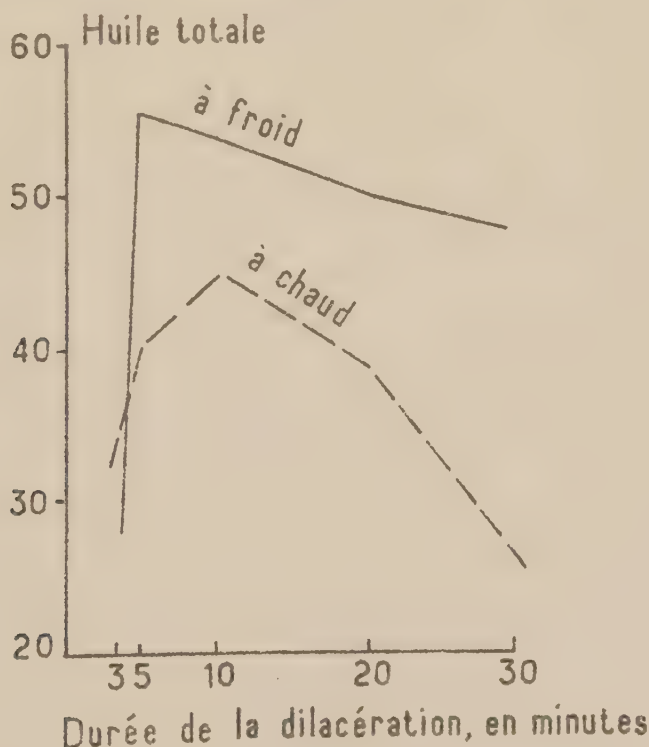


Figure VII Influence de la dilacération préliminaire sur le rendement du traitement statique.

Durée de la dilacération
(rotation : 60 tours/m.)

Rendement en huile écoulee spontanément
par rapport à l'huile totale :

	<u>Dilacération</u> <u>à froid</u>	<u>Dilacération</u> <u>à chaud</u>
3 minutes .	28 %	33 %
5 "	55 %	40 %
8 "	54,5 %	43 %
10 "	54 %	45 %
15 "	52 %	42 %
20 "	50 %	39 %
25 "	49 %	32,5 %
30 "	48 %	26 %

Il est donc préférable de dilacérer les fruits lorsqu'ils sont refroidis. La durée optima de la dilacération est de 5 minutes.

Influence de la pression et de la température de vapeur.

Des lots de 10 kg. de fruits préalablement cuits à la vapeur, puis dilacérés à froid pendant 5 minutes sont traités dans l'autoclave pendant 60 minutes, à des températures et des pressions croissantes.

<u>Température de vapeur</u>	<u>Pression</u>	<u>Rendement en huile écoulee</u> <u>spontanément</u>
102°	0 kg 100	48 %
105°	0 kg 250	55 %
108°	0 kg 400	54 %
110°	0 kg 500	55 %
120°	1 kg	54 %
134°	2 kg	55 %

Au-dessus de 105° de température de vapeur, l'écoulement spontané d'huile s'effectue dans les mêmes conditions. Le choix de la température et de la pression reste donc du domaine pratique.

Influence de l'épaisseur et de la masse des fruits

Dans les essais précédents, l'épaisseur de la couche des fruits dilacérés était de 30 cm dans l'autoclave. On procède à de nouveaux essais mais en réduisant la quantité de fruits, de manière à obtenir des couches d'épaisseur variable.

<u>Epaisseur de la couche</u> <u>des fruits</u>	<u>Poids des fruits</u>	<u>Rendement en huile écoulee</u> <u>spontanément</u>
30 cm	10 kg	55 %
25 cm	8 kg 250	51 %
20 cm	6 kg 600	45 %
10 cm	3 kg 300	32 %
5 cm	1 kg 650	29 %

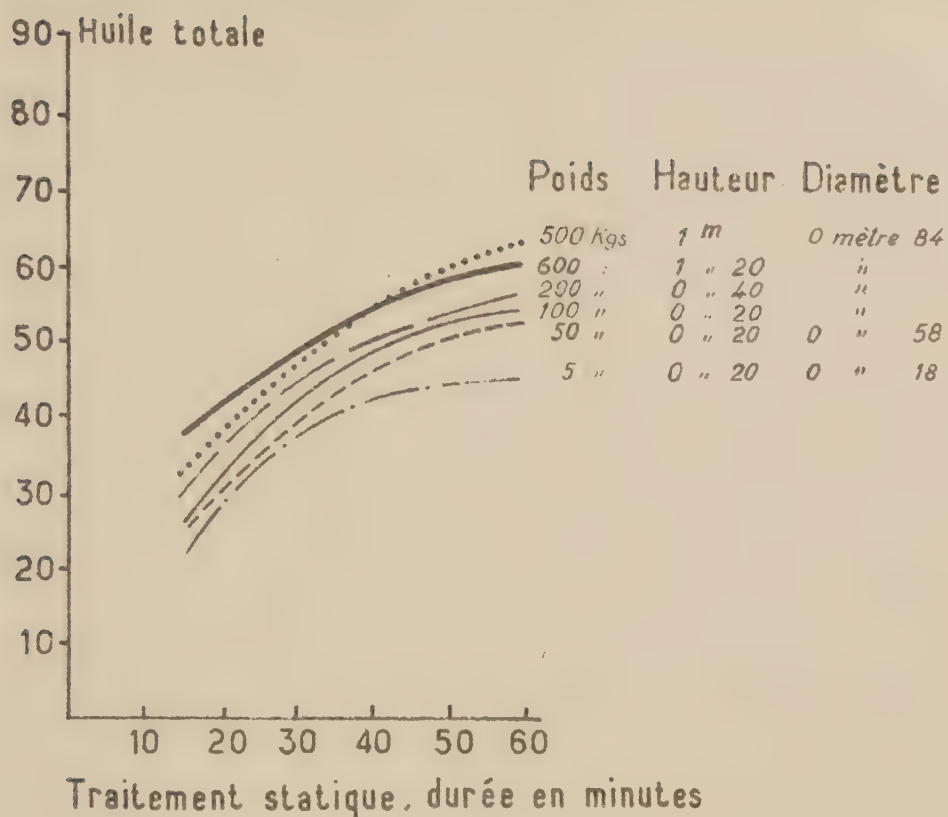


Figure VIII Huile écoulée spontanément dans le traitement de masses variables de fruits par la vapeur saturée.

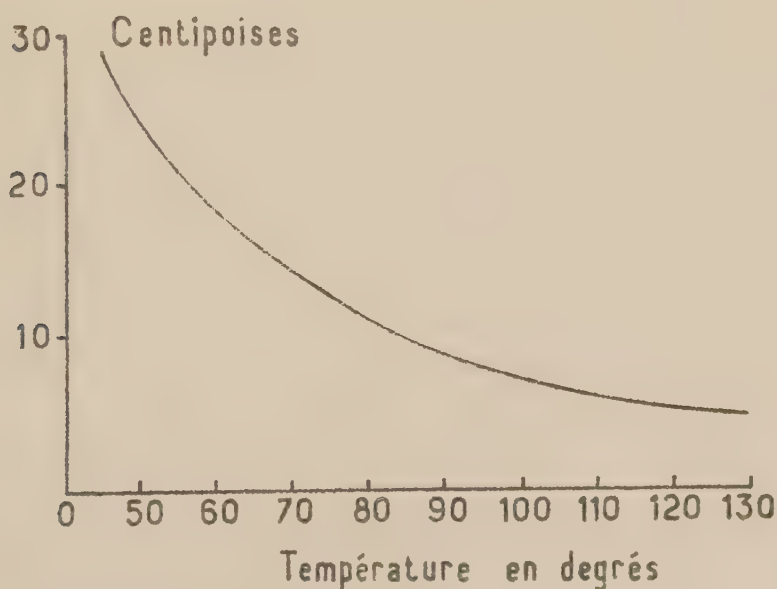


Figure IX Viscosité de l'huile de palme, de 50 à 130 degrés.

Nouveaux essais : on utilise un récipient de 1 m 44 de haut sur 0 m 92 de diamètre, pourvu d'un double fond perforé pour recevoir la base de la masse des fruits et d'un conduit collecteur d'huile situé au-dessous. Par ébullition de l'eau placée dans le fond du récipient, on produit la vapeur saturée, à 105 degrés C. Le récipient est muni d'un couvercle étanche. On place dans le récipient des quantités variables de fruits dilacérés à froid pendant 5 minutes.

<u>Epaisseur de la couche des fruits</u>	<u>Poids des fruits</u>	<u>Rendement en huile écoulee spontanément</u>
1 mètre 20	600 kg	60 %
1 "	500 kg	62 %
0 " 50	250 kg	56 %
0 " 25	125 kg	54 %

On réalise ensuite les mêmes épaisseurs de fruits que précédemment, mais sur une surface beaucoup plus faible, en plaçant les fruits dans un tuyau de tôle perforée que l'on introduit dans le récipient.

<u>Epaisseur de la couche des fruits</u>	<u>Poids des fruits</u>	<u>Rendement en huile écoulee spontanément</u>
1 mètre 20	30 kg	53 %
1 "	25 kg	52 %
0 " 50	12 kg 500	52 %
0 " 25	6 kg 250	45 %

Ces derniers essais montrent que ce n'est pas seulement l'épaisseur de la couche des fruits qui joue un rôle dans le phénomène de l'écoulement spontané d'huile, mais aussi l'importance de la masse des fruits.

En résumé, l'écoulement spontané d'huile est conditionné par l'observation des trois données suivantes :

- 1) les fruits doivent être dilacérés à froid pendant une durée de 5 minutes;
- 2) la température de vapeur pendant le traitement statique doit être au moins de 105°;
- 3) l'épaisseur de la couche des fruits dilacérés doit être supérieure à 20 cm, et la masse des fruits représenter un poids supérieur à 8 kg.

3) OBSERVATIONS SUR LE PHENOMENE DE L'ECOULEMENT SPONTANE D'HUILE

1) L'huile diffuse à travers les membranes glucidiques

La rapide et peu profonde dilacération de la pulpe des fruits ne peut déchirer un nombre suffisant de cellules oléiques pour justifier un écoulement d'huile représentant au moins 50 % de l'huile totale. L'observation microscopique de fragments de pulpe prélevés après la dilacération de 5 minutes montre que dans l'ensemble les cellules sont toujours unies et individuellement intactes. Des fragments de pulpe, prélevés pendant le traitement par la vapeur saturée, font paraître sous le microscope un seul changement : le départ d'huile dans un certain nombre de cellules. Ces cellules, partiellement ou presque totalement vidées, semblent posséder toujours leur membrane glucidique entière.

On peut interpréter le phénomène comme suit : sous l'action de l'eau apportée sous forme de vapeur saturée, les composés pectiques, participant à la structure des membranes glucidiques, prennent l'état d'un gel très relâché. L'huile chauffée par la vapeur à 105 degrés subit un abaissement considérable de sa viscosité et une augmentation de sa pression superficielle, qui lui permettent de déplacer le gel pectique très relâché aux endroits les plus minces de la membrane glucidique et de filtrer au dehors. On peut reproduire ces phénomènes expérimentalement. Après avoir extrait de la pulpe les composés pectiques sous forme d'un sirop épais, on en recouvre hermétiquement la plaque d'un filtre de verre poreux. Si on verse de l'huile de palme sur le filtre à la température ordinaire, le colmatage de celui-ci par les composés pectiques empêche l'huile de s'écouler. Si on place le filtre ainsi préparé dans une étuve sèche, jusqu'à 105 degrés, on voit que l'huile ne s'écoule pas, car la dessiccation des composés pectiques augmente leur pouvoir de colmatage. Si au contraire, on place le filtre recouvert des composés pectiques et surmonté d'une couche d'huile de palme, dans une atmosphère de forte humidité, et que l'on porte la température au-dessus de 100 degrés, on observe qu'en plusieurs endroits du filtre l'huile déplace le gel pectique et s'écoule au travers de ce filtre. Cette expérience est particulièrement réussie si on place le filtre dans un autoclave. Les conditions qui permettent l'écoulement d'huile à travers un filtre colmaté par des composés pectiques sont donc les mêmes que celles qui provoquent l'écoulement spontané d'huile dans le traitement des fruits dilacérés par la vapeur saturée.

- 2) Les minuscules gouttelettes d'huile qui exudent des cellules doivent se rencontrer pour former des gouttes au poids supérieur à la force de tension superficielle de l'huile pour pouvoir s'écouler.

Cette définition générale peut être confirmée dans le cas de l'écoulement spontané d'huile de la pulpe par une observation visuelle directe. On place de la pulpe dilacérée dans un tube de verre Pyrex de large diamètre et fermé d'un bout. L'autre extrémité est mise en communication avec une source de vapeur saturée. Le tube étant placé verticalement devant un foyer lumineux puissant, on observe les modifications survenant dans la pulpe en contact ou peu éloignée de la paroi du tube, avec une loupe binoculaire. On peut voir, au bout de plusieurs minutes de traitement par la vapeur saturée, la pulpe se ramollir et de minuscules gouttelettes d'huile apparaître peu à peu dans toute la masse de pulpe observée. Quand ces gouttelettes ont pu se rencontrer et former des gouttes suffisamment grosses, celles-ci s'écoulent très rapidement. La présence des fibres dans la matière aide à cet écoulement, l'huile se déplaçant dans la masse le long de ces fibres.

- 3) La plus grande partie de l'huile restant dans la pulpe après l'écoulement spontané d'huile, y est retenue par sa faible tension superficielle.

La grande quantité d'huile retenue par les surfaces : fibres, noix et débris cellulaires, peut être pratiquement évaluée. On imbibe d'huile de palme les matières résiduelles déshuilées provenant de l'épuisement de 1 kg de fruits (dilacérés) par un solvant. On laisse l'huile s'égoutter, puis on place la matière dans un autoclave. Il s'écoule encore une fraction d'huile. On peut alors évaluer la quantité d'huile retenue superficiellement par les matières résiduelles de 1 kg de fruits, dans les conditions mêmes de l'opération de l'extraction.

Ces matières, fibres, noix et débris, retiennent un poids d'huile de 80 grammes, ce qui correspond pour 1 kg de fruits frais contenant 200 grammes d'huile de palme à 40 % de l'huile totale.

Cette observation est illustrée dans la pratique par le fait que l'huile restant dans la pulpe après l'écoulement spontané d'huile est récupérable beaucoup plus facilement par les appareils d'extraction ordinaires : presses hydrauliques et continues, que lors des opérations d'extraction habituellement réalisées par ces appareils.

4) CONSTRUCTION ET ESSAIS D'APPAREILS D'EXTRACTION

Pratiquement, on peut concevoir l'application de l'écoulement spontané d'huile sous l'action de la vapeur saturée, à deux formes d'appareillages :

1) Un seul appareil où se font successivement la dilacération des fruits, le traitement par la vapeur saturée, suivi de la récupération de l'huile restante par brassage-lavage.

Deux inconvénients : l'immobilisation de tout appareil pendant le traitement statique, - la perte d'huile causée par la formation d'une émulsion huile/eau pendant le brassage-lavage.

2) Le dilacérateur à froid fonctionne en continu et constitue un appareil à part. Les fruits dilacérés sont placés dans des cuves où ils reçoivent le traitement par la vapeur saturée. L'huile restant dans la pulpe est récupérée par passage de celle-ci dans une presse continue à vis. Cet appareillage a l'inconvénient d'être plus encombrant et plus coûteux que l'appareil précédent, mais il permet, si l'on dispose d'un jeu de cuves pour le traitement statique, de réaliser un traitement d'extraction en continu. D'autre part, son rendement est plus élevé que dans l'extraction suivie de brassage-lavage.

A) Appareil d'extraction par la vapeur saturée suivie de brassage-lavage.

Pour pouvoir étudier les possibilités pratiques de ce type d'extracteur, nous avons construit d'abord un prototype de laboratoire, de 5 kg. de capacité de fruits, représenté par le schéma de la figure X.

L'appareil se compose d'un cylindre métallique de 0 m 80 de haut sur 0 m 28 de diamètre. Une plaque inclinée P, soudée hermétiquement, le divise en deux parties. La partie supérieure comprend une plaque perforée, fixée au-dessus de P, et recevant en son milieu l'axe central B, que l'on peut actionner du dehors avec la manivelle M. Sur cet axe sont montés deux bras horizontaux supportant des lames disposées la pointe en bas. Sur la plaque perforée sont fixées des lames semblables, mais la pointe dirigée vers le haut. Par rotation des lames entraînées par l'axe entre les lames immobilisées sur la plaque perforée, on réalise la dilacération des fruits.

Le fond de la partie supérieure de l'appareil peut communiquer avec l'extérieur grâce à un tube d'écoulement T.

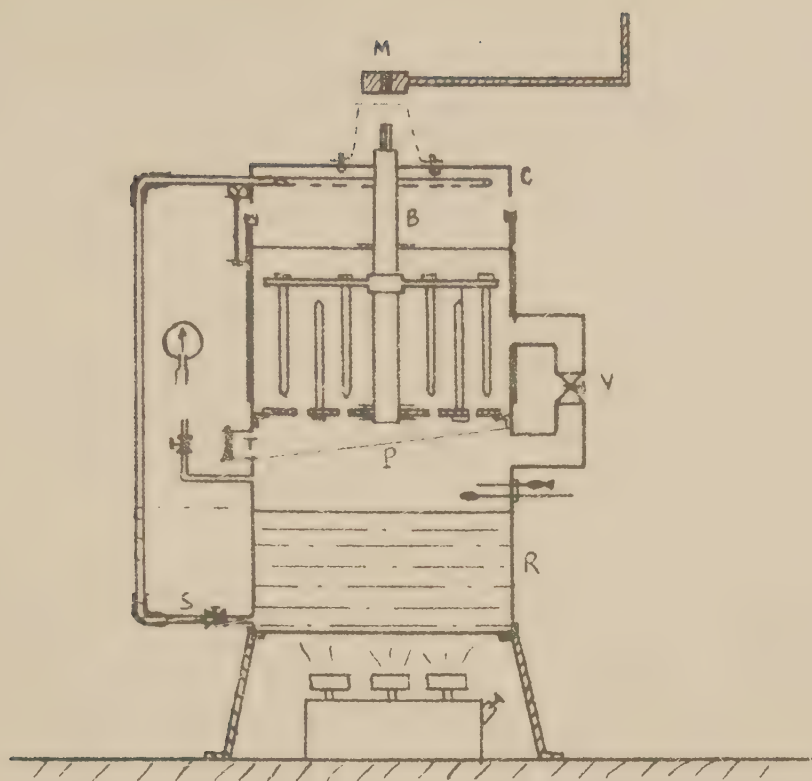


Figure X Appareil d'extraction par la vapeur saturée, suivie de brassage-lavage (modèle de laboratoire)

La partie inférieure R du cylindre constitue un réservoir à eau. Par chauffage, on provoque la formation de la vapeur saturée nécessaire au traitement des fruits. Cette vapeur est dirigée vers les fruits par un conduit commandé par la vanne V. Pour entraîner l'huile restant dans la pulpe après l'écoulement spontané d'huile, il suffit de fermer V, d'ouvrir le robinet du tube S pour déclencher la montée de l'eau sous pression dans la couronne d'arrosage A, et d'entraîner les lames mobiles par rotation de l'axe central. Les eaux de lavage s'écoulent par le conduit T. Elles sont soumises à une ébullition de 1 heure, et à un repos de 2 heures avant de procéder à la décantation de l'huile.

Les possibilités de cet appareil sont les suivantes :

Capacité : 5 kg. de fruits.

Durée de l'extraction :	a) dilacération	=	5 minutes
	b) écoulement spontané	=	45 minutes
	c) brassage-lavage	=	10 minutes
			<u>60 minutes</u>

Rendement de l'extraction :	Dilacération	: néant
	Écoulement spontané	: 45 %
	Lavage-décantation	: 38 %
		<u>83 % de l'huile totale.</u>

B) Appareil semi industriel

Etude d'une opération complète.

Nous avons construit à l'échelle semi-industrielle un appareil semblable à l'appareil de laboratoire décrit précédemment, mais d'une capacité de 200 Kg. de fruits. L'axe central est entraîné par un moteur à essence de 2 CV 5 à 45 tours/minute. On utilise 600 litres d'eau pour laver la pulpe de l'huile qui y est retenue après le traitement statique.

<u>Durée des opérations</u> .-	Dilacération	=	8 minutes
	Traitement statique	=	45 minutes
	Brassage-lavage	=	40 minutes
			<u>93 minutes</u>

Poids d'huile et d'eau de condensation écoulées spontanément : 38 kg 400

a) Poids d'huile écoulée spontanément, déshydratée : 30 kg

Poids d'huile brute obtenue par simple décantation : 14 kg 720

b) Poids d'huile décantée, séchée et filtrée : 14 kg 400

Poids total d'huile pure obtenue : 44 kg 400

Analyse physique des fruits :

% de pulpe	=	51
% d'huile sur pulpe fraîche	=	50
% d'eau sur pulpe fraîche	=	29
% d'huile totale sur poids des fruits	=	25,5
% d'acidité de l'huile des fruits frais	=	2,1 (en acide palmitique)

Rendements

a) huile écoulée spontanément :

en kg d'huile par rapport au poids des fruits	:	15 %
en kg d'huile par rapport à l'huile de palme totale	:	58,8 %

b) huile récupérée par lavage :

en kg d'huile par rapport au poids des fruits	:	7,2 %
en kg d'huile par rapport à l'huile de palme totale	:	28,2 %

Soit un rendement final de 87 %

Qualité des huiles :

a) huile écoulée spontanément

Acidité	=	2,3 %
Eau de condensation	=	28 % (eau pure)
Impuretés solides	=	0,02 %

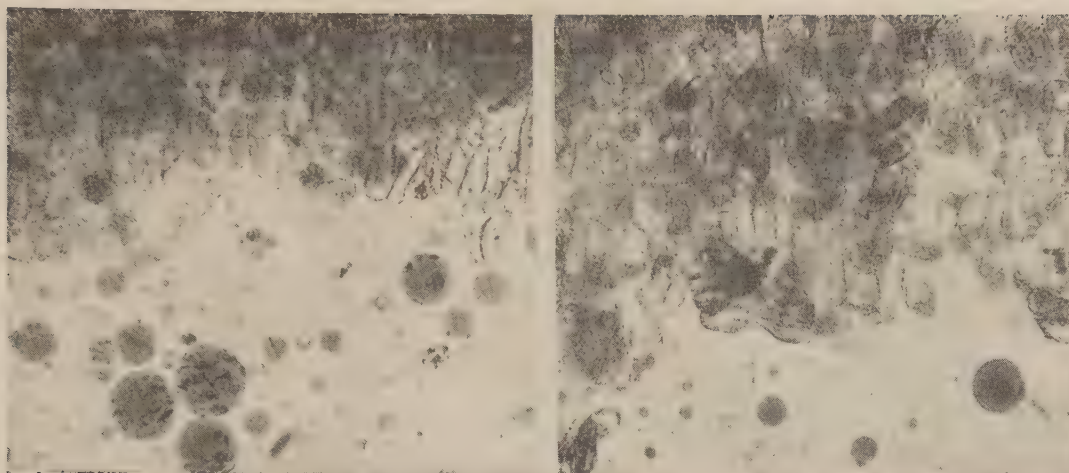


Figure 9. — Coupe de pulpe traitée par la vapeur saturée : A) pendant 10 minutes ; B) pendant 30 minutes.

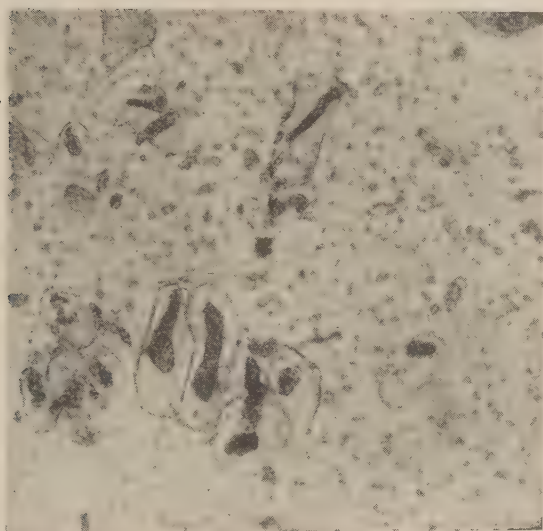


Figure 10. — “Boues” résiduelles du procédé d'extraction par la vapeur saturée, suivie de brassage-lavage (résidu final).



Figure 12. — Appareillage d'extraction par la vapeur saturée, suivie de pression en continu : 100 kgs de fruits à l'heure.

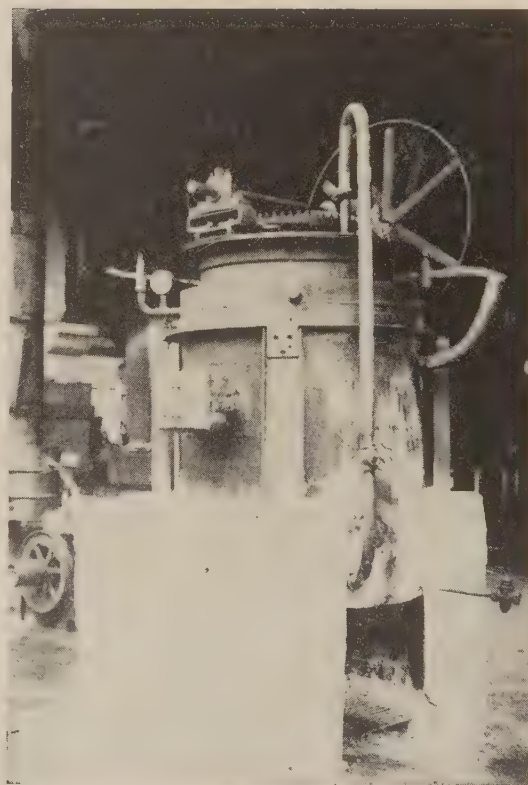


Figure 11. — Appareil d'extraction par la vapeur saturée, suivie de brassage-lavage : 200 kgs de fruits par heure.

b) huile récupérée par lavage	
Acidité	= 2,9 %
Eau	= 1,8 %
Impuretés solides	= 0,3 %

Détermination des pertes de l'opération :

a) traitement statique. - Cette première fraction d'huile s'écoulant spontanément sous une forme pure, l'opération du traitement statique s'effectue sans perte appréciable.

b) lavage

1) Dosage de l'huile perdue dans les fibres.

Poids total des fibres humides	= 20 kg
Poids total des fibres sèches	= 12 kg
% d'huile sur fibres sèches	= 14,5
Poids d'huile perdue dans les fibres pendant l'opération	= 1 kg 740

2) Dosage de l'huile perdue sur les noix.

Poids total des noix essorées	= 98 kg
Huile retenue par 1 kg de noix	= 3 gr 9
Poids d'huile perdue sur les noix pendant l'opération	= 0 kg 382

3) Dosage de l'huile perdue dans les boues

Poids total des boues humides filtrées	= 87 kg
Poids total des boues séchées	= 8 kg 200
% d'huile sur boues séchées	= 7,5
Poids d'huile perdue dans les boues pendant l'opération	= 0 kg 615

4) Calcul de l'huile perdue par la décantation et dans l'eau de lavage

(émulsion) On la calcule par différence.

Poids de l'huile perdue par la décantation et dans l'eau de lavage	= 3 kg 870
--	------------

Bilan de l'extraction

Huile obtenue	{ à/ écoulée spontanément	= 58,8 %
	{ b/ décantée des eaux de lavage	= 28,2 %
		<u>87 %</u>

Huile perdue	= 13 %	- fibres	= 3,41 %
		- noix	= 0,74 %
		- boues	= 1,2 %
		- décantation et émulsion	= 7,65 %

C) Appareillage d'extraction par la vapeur saturée suivie de pression

Etude d'une opération complète.

On décompose l'opération de l'extraction en trois phases : dilacération des fruits - traitement statique - récupération de l'huile restante par une presse continue à vis.

- 1) Dilacération des fruits : 200 kg de fruits préalablement cuits à la vapeur sont dilacérés à froid dans un appareil à lames semblable à ceux déjà décrits. Cette dilacération dure 8 minutes.
- 2) Traitement statique : les fruits dilacérés sont placés dans un récipient de 0 m72 de haut sur 0 m92 de diamètre, contenant de l'eau. Ce récipient est pourvu d'un double fond perforé et d'un récipient collecteur d'huile.
- 3) Récupération de l'huile restante par une presse continue : la presse utilisée est d'un modèle courant. La pulpe est entraînée par un système de vis sans fin et pressée contre un cône réglable.

Durée des opérations.-	Dilacération	=	8 minutes
(avec une seule cuve)	Traitement statique	=	45 minutes
	Pressée en continu	=	30 minutes
			<u>83 minutes</u>

Poids d'huile et d'eau de condensation écoulées spontanément : 37 kg 200

a) Poids d'huile écoulée spontanément, déshydratée : 29 kg 500

Poids d'huile brute de pressée : 18 kg 500

b) Poids d'huile de pressée filtrée et déshydratée : 18 kg 100

Poids total d'huile pure obtenue : 47 kg 600

Analyse physique des fruits

Ce sont les mêmes fruits que ceux utilisés lors de l'opération d'extraction précédente. Leur richesse en huile de palme est de 25,5 %.

Rendements

a) huile écoulée spontanément :

en kg d'huile par rapport au poids des fruits : 14,75 %
en kg d'huile par rapport à l'huile de palme totale : 57,8 %

b) huile récupérée par pression :

en kg d'huile par rapport au poids des fruits : 9,05 %
en kg d'huile par rapport à l'huile de palme totale : 35,5 %

Soit un rendement final de 93 %

Qualité des huiles :

- a) huile écoulee spontanément
Acidité = 2,2 ‰
Eau de condensation = 30 ‰ (eau pure)
Impuretés solides = 0,018 ‰
- b) huile récupérée par pression
Acidité = 2,7 ‰
Eau = 1,7 ‰
Impuretés solides = 0,4 ‰

Détermination des pertes de l'opération :

- a) Traitement statique : pas de perte appréciable.
- b) Pressée

1) Dosage de l'huile perdue dans les fibres

Poids total des fibres humides	=	25 kg
Poids total des fibres sèches	=	18 kg
% d'huile sur fibres sèches	=	12,5
Poids d'huile perdue dans les fibres pendant l'opération	=	2 kg 250

2) Dosage de l'huile perdue sur les noix

Poids total des noix essorées	=	97 kg
Huile retenue par 1 kg de noix	=	4 gr 5
Poids d'huile perdue sur les noix pendant l'opération	=	0 kg 436

3) Dosage de l'huile perdue dans les boues

Poids total des boues humides filtrées	=	8 kg 600
Poids total des boues séchées	=	1 kg 550
% d'huile sur boues séchées	=	8,2
Poids d'huile perdue dans les boues pendant l'opération	=	0 kg 127

4) Calcul de l'huile perdue à la décantation et dans l'eau du jus de pressée (émulsion) Calculée par différence.

Poids de l'huile perdue à la décantation et dans le jus de pressée	=	0 kg 587
--	---	----------

Bilan de l'extraction

Huile obtenue	(a/ écoulee spontanément	=	57,8 ‰		
	(b/ par la pressée	=	35,5 ‰		
			93,3 ‰		
Huile perdue	=	6,7 ‰	- fibres	=	4,41 ‰
			- noix	=	0,85 ‰
			- boues	=	0,24 ‰
			- décantation	=	1,2 ‰
			et émulsion		

TABEAU COMPARATIF DES RENDEMENTS ET DES PERTES
DES PROCÉDES D'EXTRACTION ETUDIÉS

Type du procédé	Poids de fruits traités	Rendement en % de l'huile totale	Perte sur fibres en % de l'huile totale	Perte sur noix en % de l'huile totale	Perte sur boues en % de l'huile totale	Perte décan-tation & émulsion
Indigène "soft oil"	200 kg	53,3	6,9	1,5	15,6	22,7
Malaxage - lavage	200 kg	71	4,03	1,17	9,6	14,2
Presse hydraulique	200 kg	83,6	5,08	1,52	1,3	8,5
Vapeur saturée et brassage - lavage	200 kg	87	3,41	0,74	1,2	7,65
Vapeur saturée et presse continue	200 kg	93,3	4,41	0,85	0,24	1,2

Remarques sur les opérations d'extraction étudiées.

L'enseignement que l'on peut tirer de ces essais, c'est qu'un gain substantiel de rendement est apporté par l'extraction de l'huile par la vapeur saturée, par rapport aux procédés ordinaires. Ce gain porte surtout sur une diminution de la perte d'huile dans les boues et une réduction de la perte de l'émulsion huile/eau qui se produit lors des opérations de l'extraction. Quant à la qualité des huiles, on remarque que l'huile d'écoulement spontané est d'une pureté très satisfaisante, elle fait moins de 0,02 % d'impuretés solides pour 0,2 à 0,3 % des huiles obtenues par un procédé mécanique courant.

Il n'est pas à négliger également que la dilacération des fruits effectuée rapidement et à froid, et que le traitement par la vapeur saturée, entièrement statique, réalisent une économie d'énergie par rapport à une installation ordinaire où les fruits sont malaxés vigoureusement à chaud, et où l'huile doit être extraite en totalité par l'action ininterrompue d'une force mécanique.

V - CONCLUSIONS

Dans la première partie de notre travail, nous avons étudié les caractères physiques et chimiques de la pulpe du fruit de palme. Après l'examen de la structure de la cellule oléique et de la pulpe elle-même, nous avons procédé à l'analyse des constituants organiques de celle-ci.

Nous avons mis en évidence la nature pectique du ciment intercellulaire et ses comportements vis-à-vis de la chaleur et des substances qui modifient habituellement la structure des composés pectiques.

Dans la deuxième partie, nous avons d'abord examiné et étudié, sous l'angle des rendements et des causes de pertes, trois types de procédés d'extraction d'huile de palme utilisés en Afrique. Nous avons montré que l'addition des substances qui modifient la structure du ciment intercellulaire pouvait réduire ou augmenter le rendement de ces procédés.

Nous avons tenté, sans résultat, d'utiliser trois procédés connus basés sur l'utilisation de facteurs physico-chimiques pour provoquer l'écoulement de l'huile.

Nous avons découvert que l'huile s'écoulait spontanément de la pulpe des fruits dilacérés sous l'action de la vapeur saturée.

Nous avons défini les conditions d'emploi de cette méthode et nous avons appliqué ces données à la construction et à l'utilisation de plusieurs appareillages d'extraction d'huile de palme.

Le traitement statique des fruits dilacérés par la vapeur saturée permet d'obtenir un écoulement spontané de 50 à 60 % de l'huile présente dans la pulpe, et par l'emploi d'un procédé d'extraction courant, une presse continue à vis par exemple, de récupérer l'huile restante, de manière à atteindre et à dépasser un rendement global de 90 %. L'huile qui s'écoule spontanément est d'une grande pureté.

-:-:-:-:-

B I B L I O G R A P H I E

- 1) Fickendey - Kolloïd Zeitsch - 1923, S, 107
- 2) Fickendey - Der Tropenflanzer - Berlin - 1929, 1, 31
- 3) Vanneck Ch. - Bull. Agri. Congo Belge - 1947, 1, 75 à 120
- 4) Kehren L. - C.R. 1950, 230, 2114 à 2116
- 5) Kehren L. - Oléagineux 1950, 10, 563 à 568
- 6) cité par Mensier P.H. - Lexique des huiles végétales. SETCO. Paris 1946
- 7) Vanneck Ch. - Bull. Agri. Congo Belge - 1947, 38, 103 à 111
- 8) Combes R. - La vie de la cellule végétale. A. Colin Paris, 1937, 203, 8
- 9) Henry P. - Etudes cytologiques sur le palmier à huile. I.R.H.O.
Paris 1945, 17 et 18
- 10) Ulrich R. - Fruits d'Outre-Mer. 1947, 1, 5 à 11.
- 11) cité par Combes R. - La vie de la cellule végétale. A. Colin Paris 1937,
203, 46 et 47
- 12) Tollens B. - Ber., 1908, 41, 1788
- 13) Dische Z. - Mikrochemie. 1929, 1, 33
- 14) Guillaiermond A. et Mangenot G. - Biologie végétale. Masson, Paris 1941, 70
- 15) Bertrand G. - An. Off. Nation. Comb. liquid. 1936, Mars-Avril, 191 à 207
- 16) voir Brumel A. - Traité pratique de chimie végétale. Georges Fr.
Tourcoing 1949, 3, 136 - 137
- 17) voir Brumel A. - Traité pratique de chimie végétale. Georges Fr.
Tourcoing 1949, 3, 281
- 18) Lecomte du Nouy - Méthodes physiques en biologie et en médecine.
Baillièrè. Paris 1933, 74 à 81
- 19) voir Staub AM. - Techniques de laboratoire. Masson. Paris 1947, 595 à 597
- 20) Stiles H.R., Peterson WH. et Fred EB. - Journ. Bactér. 1926, 12, 427
- 21) Deniges G., Chelle L., Labat A. - Traité d'analyse. Maloine, Paris, 664

- 22) voir Meyer - Analyse et détermination de la constitution des composés organiques. A. Michel, Paris 1924, 891
- 23) Kröber - J. Landw. 1902, 48, 357
- 24) voir Dorée Ch. - Les méthodes de la chimie de la cellulose. Trad. fr. H. et M. Chêne. Dunod, Paris 1949, 406 à 408
- 25) Ellet NB. et Tollens B. - J. Landw, 1905, 53, 20
- 26) Lefèvre K.V. et Tollens B. - Ber. 1908, 40, 4513
- 27) Nanji, Paton et Ling - J. Of. Chem. Soc. Indust. 1925, 44, 253
- 28) Ehrlich F. et Schubert F. - Ber. 1929, 62 B, 1974
- 29) Norris et Resh - Biochem. J. 1935, 29, 1590
- 30) Carré MH. et Haynes D. - Biochem. J. 1922, 16, 60
- 31) Carré MH. et Emmet AM. - Biochem. J. 1926, 20, 6
- 32) voir Dorée Ch. - Les méthodes de la chimie de la cellulose. Trad. fr. H. et M. Chêne. Dunod. Paris 1949, 547 et 548
- 33) Norman A.G. - Nature 1939, 143, 284
- 34) Mann et Tollens - Lieb. Ann. 1896, 296, 157
- 35) Dore W.H. - J. Amer. Chem. Soc. 1926, 48, 232
- 36) Dickson, Otterson et Link - J. Of. Am. Chem. Soc. 1930, 775, 52
- 37) Lemoyne S. - Membranes cellulosiques à haute teneur uronique. Thèse Paris 1943
- 38) Beauquesne L. - Gommés et mucilages des malvales. La gomme de Sterculia. Thèse Paris 1946
- 39) Grabar P. - Techniques de laboratoire. Masson, Paris 1947, 637 à 639
- 40) voir Prevot P. - Oléagineux 1950, 2, 101 à 103
- 41) Brown J.C., Lilleland et Jackson R.K. - Am. Soc. Hortic. Sci. 1948, 52,
1 à 7
- 42) Servant M. et Bessuand J. - Oléagineux, 1950, 8/2, 494 à 496
- 43) Documentation ITERG. - Oléagineux 1948, 8/2, 384 à 386
- 44) Graham, Thornton et Kellogg. - United States patent office N° 617.653,
10 Janvier 1899.
-

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

**EXTRACTION ET SÉPARATION
DES CAROTÉNOIDES DES PLANTES**

Vu et approuvé :

Paris, le 8 mars 1951

Le Doyen de la Faculté des Sciences,

A. CHATELET.

Vu

et Permis d'imprimer :

Le Recteur de l'Académie de Paris,

Jean SARRAILH.

